

QuEChERS 方法检测动物源性食品中氯霉素类药物残留量

氯霉素（CAP）和甲砒霉素（TAP）可以用于治疗和预防动物的多种疾病，在临床上的应用十分广泛，但是也导致了在动物可食组织中的残留。由于氯霉素具有明显的毒性作用，所以世界上许多国家都把该药列为禁用药。甲砒霉素有潜在的毒性作用，许多国家也相继制定了甲砒霉素的残留限量来限制它的应用。

目前的检测方法研究最多的是仪器方法，仪器方法中前处理过程中基本都是采用 SPE 净化方法，液液萃取方法等，但是目前还没有文献采用 QuEChERS 方法净化。而且官方所发布标准的检测方法中大多数是 LCMS-SPE 或者 LCMS-LLE。

方法优势

基于 QuEChERS 方法原理，采用乙腈提取，取出 1 mL 提取液净化，上机分析。对比国标方法《GB/T 20756-2006 可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》，本方法具有：

1. 前处理过程简单、方便，并能同时检测氯霉素和甲砒霉素；
2. 节省时间，降低基质效应；
3. 回收率达 85%以上，保证实验结果的准确性、重现性；
4. 检出限均为 0.1 µg/kg，优于国标方法《GB/T 20756-2006 可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》方法检测限氯霉素 0.1 µg/kg、甲砒霉素 1.0 µg/kg，可供广大分析工作者使用。

以下为详细解决方案，敬请参考！

1、适用范围

适用于草鱼、猪肉、牛奶、蜂蜜等动物源性食品中氯霉素、甲砒霉素等药物残留量的测定。本方法检出限 0.1 µg/kg。

2、提取

(1) 猪肉、草鱼样品

取 5.0 g 样品与 2.0 g 氯化钠，搅匀，加 5 mL 乙腈，涡旋混合 1 min，振荡 5 min，6000 rpm 下离心 2 min，取 1 mL 上清液待净化。

(2) 牛奶样品

取 5.0 g 样品与 2.5 mL 乙腈，涡旋混合 1 min，加 2.0 g 氯化钠和 2.5 mL 乙腈，涡旋混合 1 min，6000 rpm 下离心 2 min，取 1 mL 上清液待净化。

(3) 蜂蜜样品

取 5.0 g 样品，加 5 mL 水溶解，涡旋 1 min，加 2.0 g 氯化钠和 5 mL 乙腈，涡旋混合 1 min，6000 rpm 下离心 2 min，取 1 mL 上清液待净化。

3、净化

将 1 mL 提取液转移到 ProElut QuE 2 mL Tube (**Cat#: 64531**)，涡旋混合 30 s，10000 rpm 下离心 1 min，取上清液 500 μ L 于浓缩管中，加水 100 μ L，涡旋混匀，室温下氮吹至剩余约 100 μ L 溶液，加水定容至 500 μ L，混匀，过 0.22 μ m 微孔滤膜，进 LC-MS/MS 分析。

4、分析条件

4.1 UPLC 条件

色谱柱：Endeavorsil C18，100 x 2.1 mm，1.8 μ m (**Cat#: 87003**)

流 速：0.2 mL/min

进样量：5 μ L

柱 温：35 $^{\circ}$ C

流动相： A: 10 mmol/L 乙酸铵 B: 乙腈

梯度设置

时间/Min.	0	4	4.5	6	6.5	12
A (%)	80	50	10	10	80	80
B (%)	20	50	90	90	20	20

4.2 质谱条件

电离模式: ESI	扫描方式: 负离子扫描
检测方式: 多反应监测	电喷雾电压: -4500 V
雾化气压力: 50 psi	辅助气压力: 50 psi
气帘气压力: 20 psi	离子源温度: 500 °C

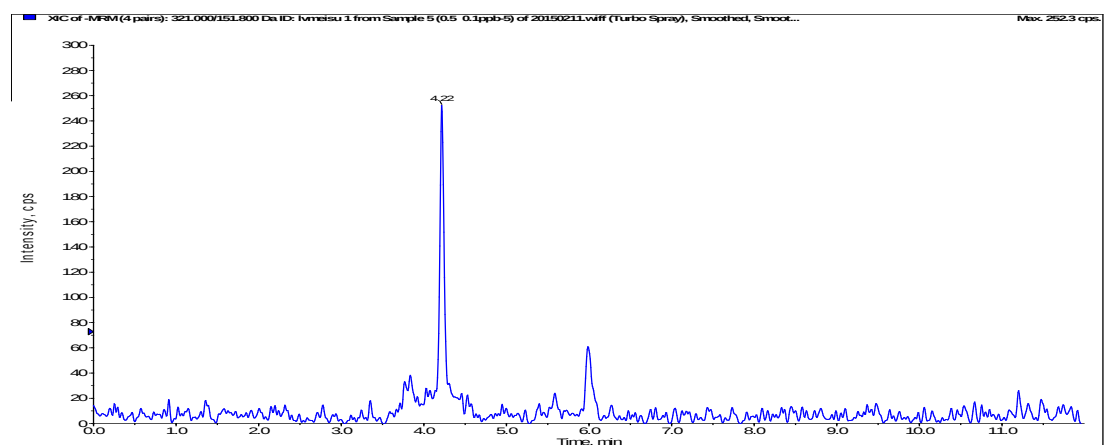
定性离子对、定量离子对、碰撞气能量及去簇电压见下表

药物名称	定性离子对 (m/z) (母离子/子离子)	定量离子对 (m/z) (母离子/子离子)	碰撞气能/eV	去簇电压/V
氯霉素	321.0/151.8	321.0/151.8	-24	-80
	321.0/256.9		-15	
甲砒霉素	354.0/289.8	301.2/155.9	-26	-87
	354.0/184.8		-16	

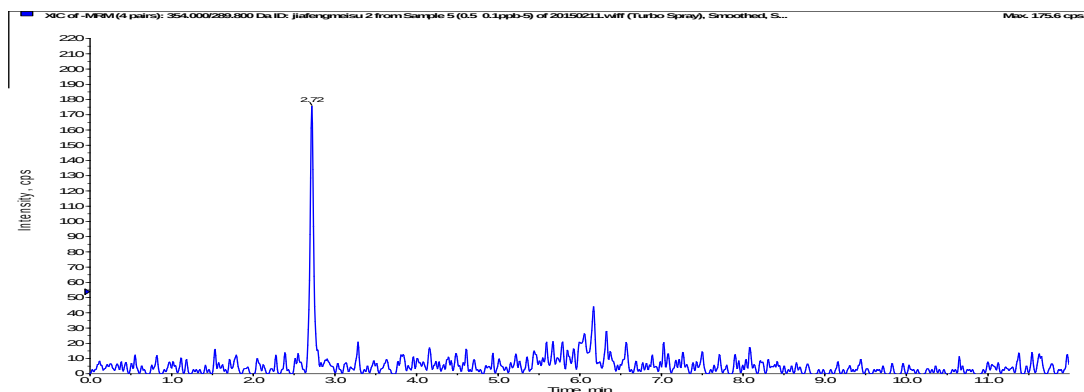
5、实验结果

草鱼、猪肉、牛奶、蜂蜜样品中氯霉素类药物的 LC-MS/MS 检测添加回收结果

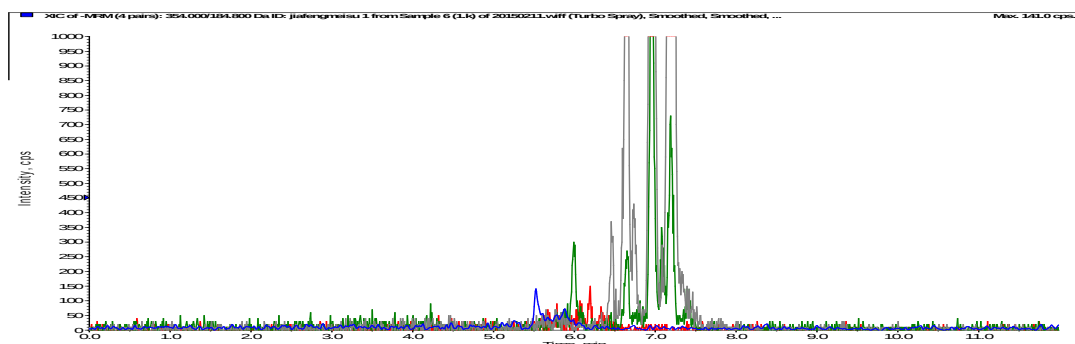
基质	药物名称	添加水平 (µg/kg)	回收率(%)
草鱼	氯霉素	0.1	95.4
	甲砒霉素	0.5	92.8
猪肉	氯霉素	0.1	92.6
	甲砒霉素	0.5	96.0
牛奶	氯霉素	0.1	96.4
	甲砒霉素	0.5	94.8
蜂蜜	氯霉素	0.1	91.8
	甲砒霉素	0.5	94.7



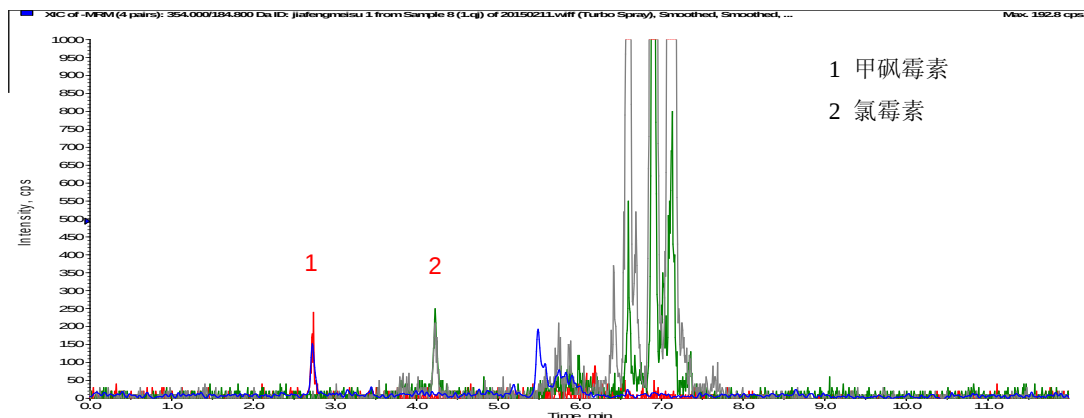
氯霉素多反应监测色谱图



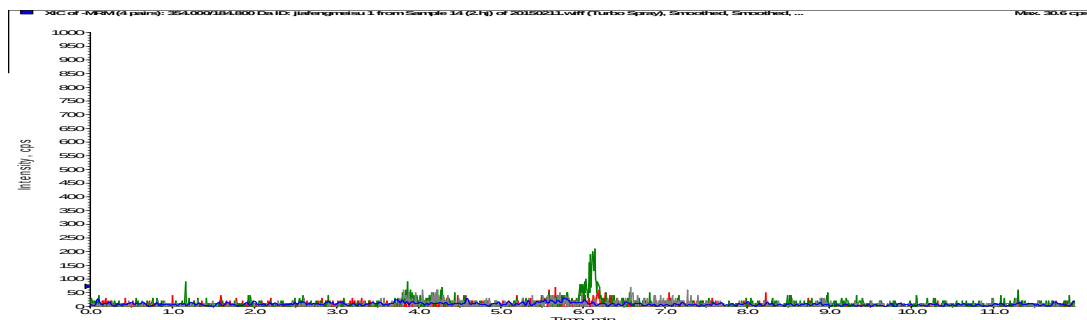
甲砷霉素多反应监测色谱图



草鱼空白样品总反应监测图



草鱼加标样品总反应监测图



猪肉空白样品总反应监测图

北京: 400-608-7719

上海: 021-61263966

天津: 400-633-6606

广州: 020-85593520

成都: 028-86612625

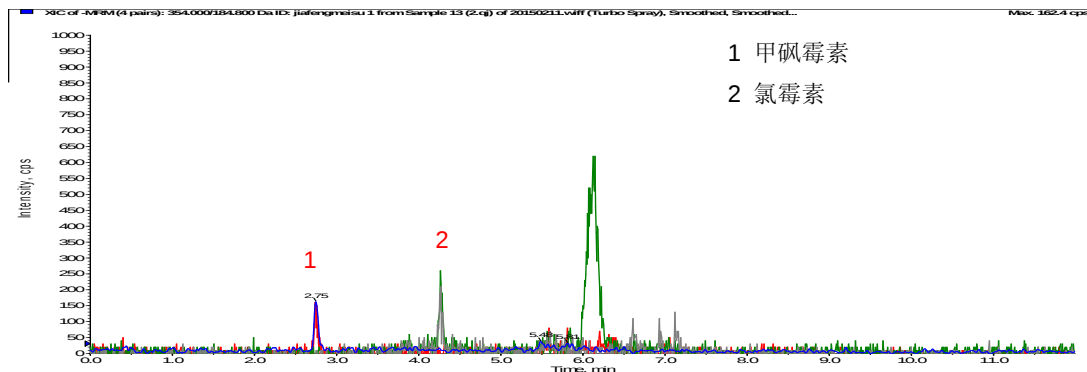
沈阳: 024-22943513

石家庄: 0311-66686220

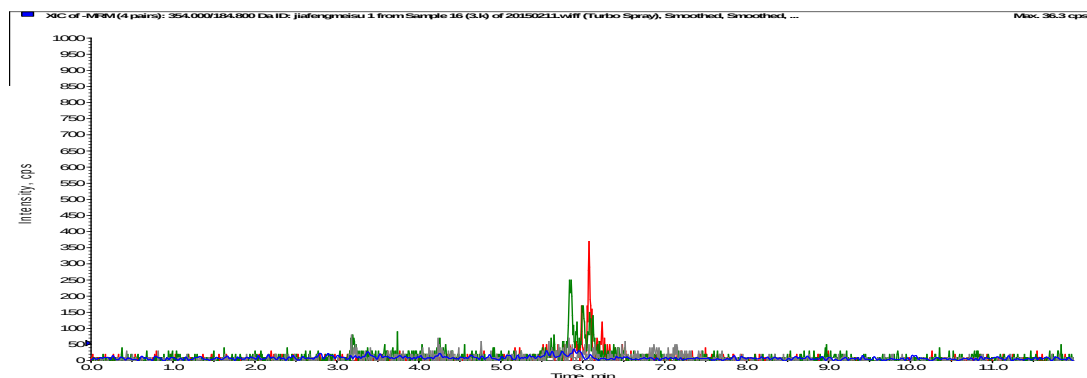
青岛: 0532-83725230

济南: 0531-83681355

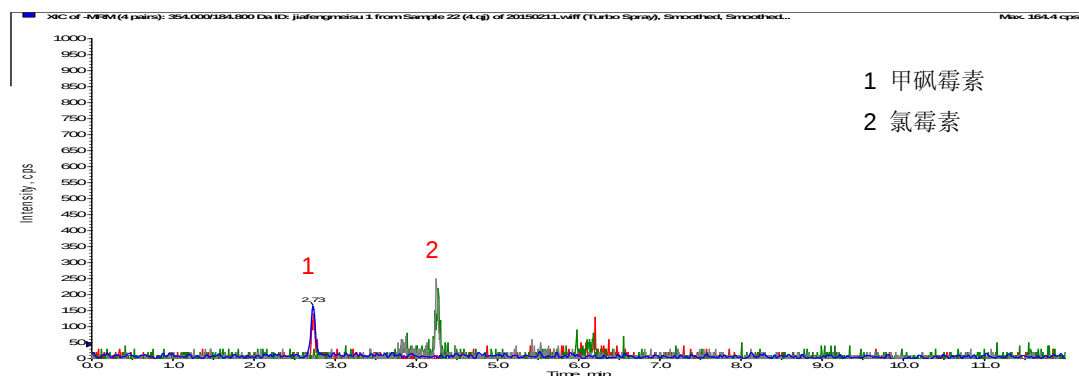
重庆: 023-62568657



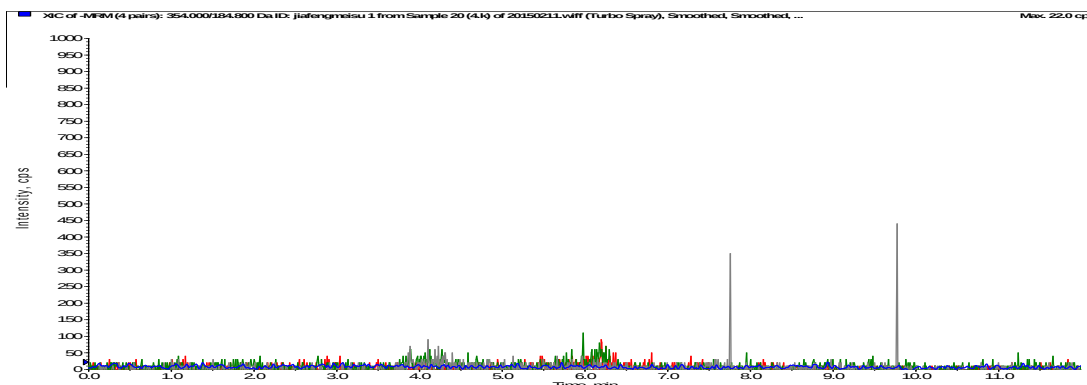
猪肉加标样品总反应监测图



牛奶空白样品总反应监测图



牛奶加标样品总反应监测图



蜂蜜空白样品总反应监测图

北京: 400-608-7719

上海: 021-61263966

天津: 400-633-6606

广州: 020-85593520

成都: 028-86612625

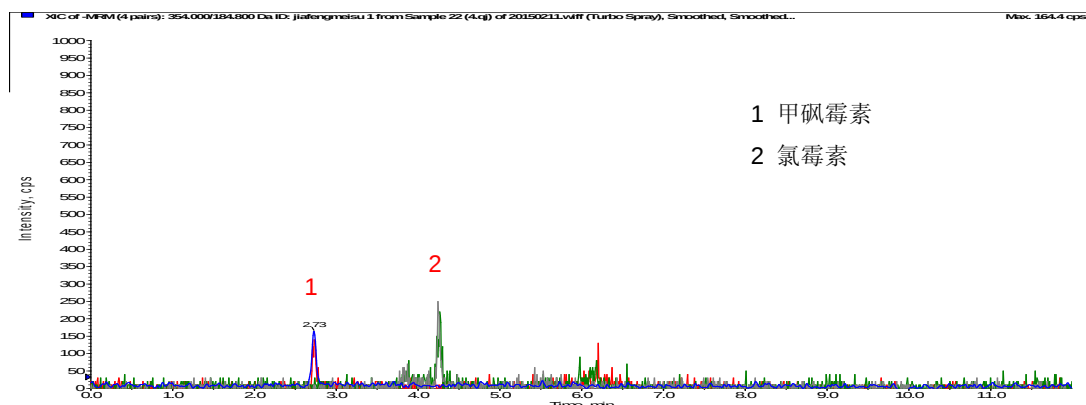
沈阳: 024-22943513

石家庄: 0311-66686220

青岛: 0532-83725230

济南: 0531-83681355

重庆: 023-62568657



蜂蜜加标样品总反应监测图

相关产品信息

货号	名称	规格
样品前处理		
64531	ProElut QuE 2 mL Tube, For Chloramphenicol	2 mL Tube 100/pk
30039	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.22 µm 100/pk
色谱柱及保护柱		
87003	UHPLC专用柱Endeavorsil C18,	100 x 2.1 mm, 1.8 µm
标准品		
50P-C11120000	氯霉素[56-75-7]	250 mg
50P-C17457000	甲砒霉素[15318-45-3]	100 mg
HPLC溶剂•缓冲盐•离子对试剂		
50101	乙腈 HPLC 级	4 L
50138	乙酸铵 HPLC 级	100 g
通用色谱产品		
52401B	瓶架/蓝色	50 孔
52401A	瓶架/白色	50 孔
1034	样品瓶 (棕色/螺纹)	2 mL, 100/pk
1035	样品瓶盖/含垫 (已经组装)	100/pk
H80465	HPLC 进样针	25 µL

红色产品货号#30039、#1034、#1035 火热促销中

北京: 400-608-7719

上海: 021-61263966

天津: 400-633-6606

广州: 020-85593520

成都: 028-86612625

沈阳: 024-22943513

石家庄: 0311-66686220

青岛: 0532-83725230

济南: 0531-83681355

重庆: 023-62568657