TECHNICAL NOTE

imcs integrated micro-chromatography systems

MicroSep Biological Science

《动物源性食品中多兽药残留的快速分离及 LC-MS/MS 分析》

概述：

兽药残留是指兽药的原形化合物或其代谢物在动物细胞、组织、器官或其他可食性产品（如奶、蛋）的蓄积和存储。兽药残留既包括原药，也包括药物在动物体内的代谢产物。长期食用兽药残留过高的食物会引起人体的多种急慢性中毒作用，诱导耐药菌株产生，引起变态反应以及致癌、致畸和致突变作用。这不仅与公众的健康息息相关，也直接关系到产业界的经济利益，国际经济贸易和国家形象。本方法建立了动物源性食品中多兽药残留的高效液相-串联质谱检测方法。该方法适用于动物源性食品中的β-受体激动剂（瘦肉精），氯霉素，磺胺类药物，喹诺酮类药物残留量的检测。

材料和方法：

所有标准品均购自坛墨质检公司；实验中所用的 β-葡萄糖醛酸酶和 tips（MicroSep®-101 净化柱）均由无锡微色谱生物科技有限公司提供。

样品提取：

a. 根据国家标准 GB/T 22286-2008、GB/T 22338-2008，动物源性食品中 β-受体激动剂与氯霉素的检测需要加入 β-葡萄糖醛酸酶进行水解。

（1）在 0.2 g 搅碎的试样中加入 200 μL 快速水解缓冲液和 5 μL IMCSzyme® β-葡萄糖醛酸酶，轻度涡旋混匀，于 37 C° 水解 2 小时。
（2）水解结束后，在待测样品中加入内标工作液，均质 30 s。
（3）在均质好的样品中加入 1000 μL 乙腈，涡旋振荡 1 分钟，在转速 14000 r/min 离心 20 min，分离上清液至新的离心管中，60 C° 氮气吹干。将吹干的残渣用 750 μL 0.2%甲酸/水溶液溶解，作为待净化液（注：用 pH 试纸检测待净化液的 pH 值，pH < 4）。

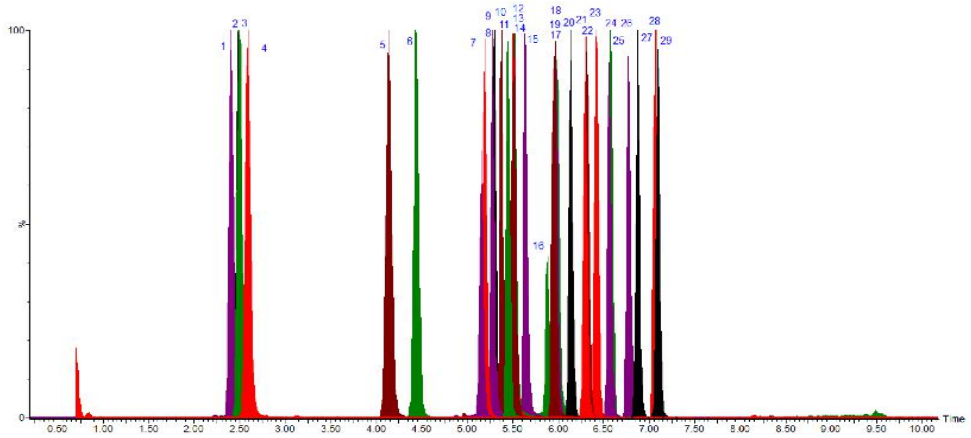
b. 若只检测磺胺类或喹诺酮类药物则不需要进行酶水解

（1）在 0.2 g 搅碎的试样中加入 200 μL 水，加入内标工作液，均质 30 s。
（2）在均质好的样品中加入 1000 μL 乙腈，涡旋振荡 1 分钟，在转速 14000 r/min 离心 20 min，分离上清液至新的离心管中，60 C° 氮气吹干。将吹干的残渣用 750 μL 0.2%甲酸/水溶液溶解，作为待净化液。

净化：
（1）连接MicroSep®-101 净化柱，依次用 750 μL 甲醇，750 μL 水平衡。
（2）待净化液上柱：将平衡后的柱子浸入溶液中，上下吸取、排放待净化液 4 次。
（3）依次用 750 μL 0.2% 甲酸/水溶液，750 μL 20% 甲醇水溶液及 750 μL 正己烷洗涤柱子。
（4）用新鲜配制 1500 μL 30% 氨水甲醇溶液进行洗脱。
（5）洗脱液在 60 C° 下氮气吹干，残余物用 0.1% 甲酸-甲醇水溶液（甲醇：水 = 5：95）200 μL 溶解，涡旋混匀，过滤或离心后，供高效液相色谱-串联质谱仪（LC-MS/MS）测定。

结果:

如图 1 所示，所有化合物均在 2~7.5 min 之间流出，且各物质峰形良好，保留时间稳定。



1 特布他林； 2 沙丁胺醇； 3 西玛特罗； 4 磺胺醋酰； 5 磺胺吡啶； 6 磺胺甲基嘧啶； 7 磺胺二甲基嘧啶； 8 诺氟沙星； 9 氧氟沙星； 10 环丙沙星； 11 洛美沙星； 12 磺胺甲氧哒嗪； 13 莱克多巴胺； 14 达氟沙星； 15 恩诺沙星； 16 磺胺间甲氧嘧啶； 17 沙拉沙星； 18 磺胺氯哒嗪； 19 克仑特罗； 20 溴代克仑特罗； 21 磺胺甲噁唑； 22 溴布特罗； 23 班布特罗； 24 马布特罗； 25 磺胺二甲异噁唑； 26 氯霉素； 27 苯酰磺胺； 28 磺胺间二甲氧嘧啶； 29 磺胺喹沙啉；

图 1 多兽药混合标准溶液液相色谱-串联质谱色谱图

结论：

本实验建立了 23 种多兽药残留量测定的快速萃取及分析的方法。利用高效液相-串联质谱分析，结合可半自动化的 MicroSep®-101 净化柱对动物源性食品中 23 种多兽药残留进行定量检测。MicroSep®-101 净化柱净化方法简便易行，并且色谱柱重现性良好，表明该方法能够满足 23 种多兽药残留定量分析的要求。

MicroSep 无锡微色谱生物科技有限公司 WuXi MicroSep Biological Science Co.,Ltd
地 址：江苏省江阴市砂山路85号B223 邮 箱：custserv@micro-sep.com
电 话：0510-81631568 网 址：www.micro-sep.com