

- the quantification and confirmation of sulfonamides in the foods of animalorigin[J]. Journal of Chromatography B, 2011, 879 (25): 2653-2662.
- [18] 英瑜,李健.水产品中磺胺二甲嘧啶间接竞争 ELISA 检测法的建立[J].海洋水产研究,2005,26(4):45.
- [19] Shim W B, Kim J S, Kim M G, et al. Rapid and sensitive immunochromatographic strip for on-site detection of sulfamethazine in meats and eggs[J]. Journal of Food Science, 2013, 78 (10):1575-1581.
- [20] 谢玉璇,谢天尧,刘秋英,等.毛细管电泳-电导法分离检测磺胺嘧啶,磺胺甲嘧啶和磺胺二甲嘧啶[J].分析测试学报,2006,25(3):100-102.
- [21] 左鹏,叶邦策.蛋白芯片法快速测定食品中氯霉素和磺胺二甲嘧啶残留[J].食品科学,2007,28(2):254-258.
- [22] LE T, YAN P, LIU J, et al. Simultaneous detection of sulfamethazine and sulfaquinoxaline using a dual-label time-resolved fluorescence immunoassay [J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2013 (just-accepted).

实验技术与方法

固相萃取-高效液相色谱-荧光检测法同时测定动物源性食品中 8 种氟喹诺酮类药物残留

宫小明¹, 于金玲¹, 孙军¹, 万进², 崔晓娜³, 高彦¹

(1. 潍坊出入境检验检疫局, 山东 潍坊 261041; 2. 青岛技师学院, 山东 青岛 266229; 3. 山东畜牧兽医职业学院, 山东 潍坊 261061)

摘要:目的 建立动物源性食品中 8 种氟喹诺酮类药物(麻保沙星, 诺氟沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星, 二氟沙星, 噁喹酸, 氟甲喹)残留的高效液相色谱检测法。方法 样品用 EDTA-McIlvaine 缓冲溶液提取, PEP-2 固相萃取柱净化, ZORBAX C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 分离, 荧光检测器检测, 外标法定量。结果 麻保沙星, 噁喹酸, 氟甲喹配制标准品浓度在 30 ~ 360 μg/L, 其余 5 种在 15 ~ 180 μg/L 范围内线性关系良好, 相关系数均 > 0.99, 诺氟沙星, 环丙沙星, 恩诺沙星, 二氟沙星的检出限为 2 μg/kg, 达氟沙星的检出限为 0.5 μg/kg, 麻保沙星, 噁喹酸, 氟甲喹的检出限为 8 μg/kg, 各种组分回收率在 77.6% ~ 98.3% 之间, 相对标准偏差为 2.8% ~ 9.4%。结论 该方法操作简单, 准确度和精密度高, 对人体危害较小, 能够满足不同基质检测的需要。

关键词: 氟喹诺酮; 高效液相色谱法; 荧光检测器; 动物源性食品; 兽药残留; 食品安全

中图分类号: R155; S859.84 文献标志码: A 文章编号: 1004-8456(2014)05-0460-05

DOI: 10.13590/j.cjfh.2014.05.013

Simultaneous determination of 8 fluoroquinolones residues in animal derived food by SPE-HPLC-FLD

GONG Xiao-ming, YU Jin-ling, SUN Jun, WAN Jin, CUI Xiao-na, GAO Yan

(Weifang Entry Exit Inspection and Quarantine Bureau, Shandong Weifang 261041, China)

Abstract: Objective A high performance liquid chromatographic method was developed for determination of 8 fluoroquinolones residues in animal derived food (including marbofloxacin, ciprofloxacin, danofloxacin, norfloxacin, enrofloxacin, difloxacin, oxolinic acid, and flumequine). **Methods** The sample residues were extracted by EDTA-McIlvaine buffer, purified with PEP-2 solid-phase extraction column, separated by ZORBAX C₁₈ (5 μm, 4.6 mm × 250 mm) and quantified by external standard calibration curves. **Results** Marbofloxacin, oxolinic acid, and flumequine in 30-360 μg/L, and the remaining five drugs in 15-180 μg/L linear relationship is good, the correlation coefficient is greater than 0.99. The detection limit (including norfloxacin, ciprofloxacin, enrofloxacin, difloxacin) is 2 μg/kg, the detection limit of danofloxacin is 0.5 μg/kg, the detection limit of marbofloxacin, oxolinic acid and flumequine is 8 μg/kg, the recoveries are between 77.6% - 98.3%, the relative standard deviations are between 2.77% - 9.35%.

Conclusion The method was simple, high accuracy and precision, less harmful to human body and could be satisfied with

收稿日期: 2014-05-11

基金项目: 国家自然科学基金项目 (SK201216(LC/MS/MS))

作者简介: 宫小明 男 高级工程师 研究方向为毒素农兽药残留 E-mail: Gongxiaoming@yahoo.com

通讯作者: 于金玲 女 工程师 研究方向为食品检测 E-mail: wftxlhappy@163.com

different substrate test.

Key words: Fluoroquinolones; high performance liquid chromatography; fluorescence detector; animal derived food; veterinary drug residue; food safety

氟喹诺酮类抗菌药自 20 世纪 60 年代问世以来,至今已发展到第四代,因其具有抗菌谱广、高效、低毒,组织穿透力强等特点,被广泛应用于畜禽和水产养殖业中,如麻保沙星、恩诺沙星、环丙沙星、达氟沙星、诺氟沙星和二氟沙星等。但此类药物在动物体内代谢缓慢,部分经肝脏代谢,大部分以原形经肾脏排泄,对肝、肾有一定损害,并残留在动物源性食品中,因此人们越来越关注氟喹诺酮类药物的残留安全问题。

目前,对氟喹诺酮类药物残留检测方法,一般有高效液相色谱法、液质联用法等,如农业部第 1025 号公告—14—2008《动物源性食品中氟喹诺酮类药物残留检测 高效液相色谱法》^[1],但其只是对部分喹诺酮类药物进行分析;GB/T 21312—2007《动物源性食品中 14 种喹诺酮类药物残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法》^[2]利用液质联用法,可作为确证方法,但由于仪器昂贵,检测技术含量高,不适合基层使用。本方法参考一些文献^[3-9],优化前处理方法,采用梯度洗脱和程序波长建立了一种能够同时检测 8 种氟喹诺酮类多残留的高效液相色谱法(HPLC)。应用本方法可对样品进行大规模筛选检测,成本较低,操作简单,准确度和精密度高,可为动物源性食品中喹诺酮类药物的残留监控和监督检验提供技术支持。

1 材料与方 法

1.1 主要仪器与试剂

液相色谱仪(配有荧光检测器,型号:1260,美国 Agilent);固相萃取仪(美国 Supelco)。标准物质:麻保沙星(CAS:115550-35-1)、诺氟沙星(CAS:70458-96-7)、环丙沙星(CAS:85721-33-1)、达氟沙星(CAS:112398-08-0)、恩诺沙星(CAS:93106-60-6)、二氟沙星(CAS:91296-86-5)、噁啉酸(CAS:14698-29-4)、氟甲啉(CAS:42835-25-6),纯度 $\geq 99\%$,均购自美国 Sigma。

乙腈、甲醇为色谱纯(美国 Fisher),甲酸、柠檬酸、磷酸二氢钠为分析纯(天津科密欧化学试剂有限公司),乙二胺四乙酸二钠:优级纯。甲醇水溶液:5%水溶液;甲酸水溶液:0.2%水溶液。磷酸氢二钠溶液:0.2 mol/L,称取 71.63 g 磷酸氢二钠,用水溶解,定容到 1 000 ml。柠檬酸溶液:0.1 mol/L,称取 21.01 g 柠檬酸,用水溶解,定容到 1 000 ml。Mcllvaine 缓冲溶液:将 1 000 ml 0.1 mol/L 柠檬酸

溶液与 625 ml 0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液混合,必要时用盐酸或氢氧化钠调节 PH 值到(4.0 \pm 0.05)。EDTA-Mcllvaine 缓冲溶液:0.1 mol/L,称取 60.5 g 乙二胺四乙酸二钠加入 1 625 ml Mcllvaine 缓冲溶液中,振摇使其溶解。

1.2 方 法

1.2.1 样品前处理^[2]

称取约 5.0 g 均匀试样(精确值 0.01 g)入 50 ml 离心管内,加入 25 ml EDTA-Mcllvaine 缓冲溶液,在均质机上均质 2 min,超声 10 min 以提取喹诺酮类药物。第二次提取再用 25 ml,合并两次提取液。

PEP-2 固相萃取柱,使用时用 6 ml 甲醇,6 ml 水活化,将上步提取的溶液取 20 ml 以 2 ml/min 的速度过柱,弃去滤液,再用 9 ml 5% 甲醇水溶液淋洗,弃淋洗液,将小柱抽干,6 ml 甲醇洗脱并收集洗脱液。洗脱液置于氮吹仪内,40 $^{\circ}$ C 蒸发至干。用 1 ml 水-乙腈(78:22, V/V)溶液溶解,溶解液过 0.2 μ m 滤膜供 HPLC 测定。

1.2.2 标准溶液配制

标准储备液的配制:准确称取麻保沙星、诺氟沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、二氟沙星、噁啉酸、氟甲啉各 10.0 mg,分别用乙腈溶解,置于 8 个 100 ml 棕色容量瓶中,并用乙腈定容至刻度,浓度为 100.0 μ g/ml(该溶液可在冰箱 0~4 $^{\circ}$ C 保存 6 个月)。

标准中间液的配制:分别移取以上 8 种标准储备液各 1.0 ml,置于 10 ml 和 100 ml 棕色容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,浓度分别为 10.0 和 1.0 μ g/ml(两种浓度的溶液可在冰箱 0~4 $^{\circ}$ C 分别保存 3 个月和 1 个月)。

混合标准工作液的配制:用 1.0 μ g/ml 标准中间液配制麻保沙星,噁啉酸,氟甲啉 30.0、60.0、120.0、180.0、240.0、360.0 μ g/L 系列混合标准溶液,其余 5 种药物配制 15.0、30.0、60.0、90.0、120.0、180.0 μ g/L 系列混合标准溶液,溶解液:水-乙腈(78:22, V/V)稀释定容(需当日新配)。

1.2.3 仪器条件

色谱柱:ZORBAX C₁₈(4.6 mm \times 250 mm, 5 μ m);柱温 40 $^{\circ}$ C;流动相:梯度洗脱 A(0.2% 甲酸水溶液),B 甲醇-乙腈(1:1, V/V);流速 0.8 ml/min;检测器为荧光检测器;0~21.6 min,激发波长 275 nm,发射波长 450 nm;21.6~28 min,激发波长

320 nm, 发射波长 365 nm。进样量 5 μ l。

2 结果与分析

2.1 流动相的确立

氟喹诺酮类药物在酸性水溶液中常以离子形式存在,其解离状态随 pH 值变化,流动相的 pH 值会对氟喹诺酮类药物在色谱柱上的分离和保留产生影响^[3-4]。0.2% 甲酸水的 pH 值为(4 \pm 0.2),最接近分子的等电点,尝试用 0.2% 甲酸水和纯有机溶剂的不同比例来进行检测。分别用 0.2% 甲酸水-甲醇(78:22, V/V), 0.2% 甲酸水-乙腈(78:22, V/V), 0.2% 甲酸水-(甲醇-乙腈)(78:22, V/V) 作为流动相进行检测,结果 0.2% 甲酸水-(甲醇-乙腈)(78:22, V/V) 体系作为流动相,梯度洗脱,峰形尖锐,分离度好,易于判断。梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

Table 1 Elution of mobile phase for separation of 8 quinolones

时间/min	V _A	V _B
0	75	25
6	75	25
6.5	78	22
15	78	22
15.5	40	60
25	40	60
25.5	75	25

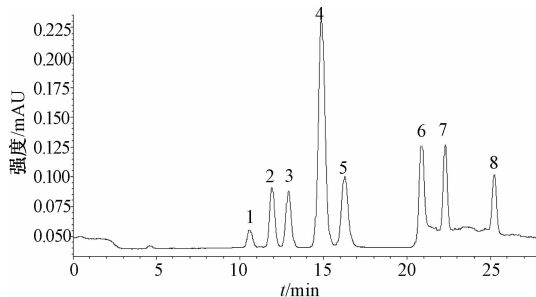
注: V_A: 0.2% 甲酸水; V_B: 甲醇-乙腈(1:1, V/V)

2.2 波长的选择

根据结构的不同,喹诺酮类药物一般分为含有哌嗪环的喹诺酮类药物(绝大部分的氟喹诺酮类药物)和不含哌嗪环的喹诺酮类药物(如氟甲喹、恶喹酸)。由于这两类喹诺酮类药物的酸碱性、极性和荧光性都有差异,因而给建立喹诺酮类药物多残留检测方法带来了一定的困难^[3]。麻保沙星、诺氟沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、二氟沙星等哌嗪类喹诺酮和噁喹酸、氟甲喹等酸性喹诺酮均具有不同的荧光光谱,哌嗪类喹诺酮的最佳激发波长与发射波长为 275 和 450 nm,而酸性喹诺酮的最佳激发波长与发射波长为 320 和 365 nm。本法采用梯度条件进行洗脱,程序波长荧光检测器进行检测,能使 8 种喹诺酮类标准品获得良好的分离和灵敏度,且色谱峰尖锐、对称。如图 1 所示。

2.3 提取试剂的优化选择

氟喹诺酮类药物是两性有机化合物,同时含有氨基和羧基,溶于酸性和碱性溶剂。当 pH 值 \leq 4 或 \geq 9 时,氟喹诺酮类药物易溶于含水相, EDTA-McIlvaine 缓冲液的 pH 值约为(4 \pm 0.2),提取目标物的能力较强,而对脂肪等杂质的提取较弱^[6]。本试验考察了以酸化乙腈和 EDTA-McIlvaine 为提取



注: 1. 麻保沙星; 2. 诺氟沙星; 3. 环丙沙星;

4. 达氟沙星; 5. 恩诺沙星; 6. 二氟沙星; 7. 噁喹酸; 8. 氟甲喹

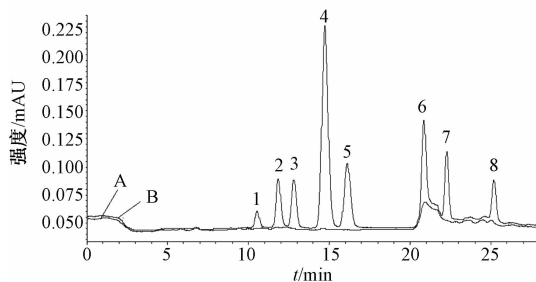
图 1 8 种喹诺酮类标准品液相色谱图

Figure 1 8 quinolones standard HPLC chromatogram

溶剂对回收率的影响。结果表明,用 EDTA-McIlvaine 缓冲液提取时的回收率明显高于用酸化乙腈提取的回收率,因此本试验采用无机试剂 EDTA-McIlvaine 缓冲液作为提取液,对实验人员的身体健康危害较小。

2.4 净化条件的优化

动物源食品种类繁多,基质复杂,多数含有脂肪、蛋白质、色素等,前处理如不进行净化,不仅造成结果无法判断,而且对色谱柱造成伤害,因此须选择合适的净化柱对样品彻底净化。分别考察了 C₁₈ 柱、HLB 柱和 PEP-2 净化柱对实验回收率的影响。结果表明,PEP-2 净化柱的回收率明显高于其他两柱。用缓冲液提取时,提取出大量的组织悬浮颗粒,样液呈混浊状态,直接进入小柱会堵塞柱子,造成过柱困难。提取液用 0.2 μ m 微纤维滤纸过滤,取 10 ml 过滤后的提取液过 PEP-2 柱,在过柱净化时再用较多的清洗液(5% 甲醇水)洗掉多余的杂质,不会影响回收率。经此改进后,样品前处理样液更加干净,过柱流畅, HPLC 分析结果也显示杂质干扰大大减少,见图 2。



注: 1. 麻保沙星; 2. 诺氟沙星; 3. 环丙沙星;

4. 达氟沙星; 5. 恩诺沙星; 6. 二氟沙星; 7. 噁喹酸; 8. 氟甲喹;

A. 空白样品; B. 空白添加回收

图 2 鸡肉组织添加回收谱图

Figure 2 Add chicken tissue recovery spectra

2.5 基质效应的影响

质谱分析易受样品基质的影响,样品基质对离子化有非常强的抑制或促进作用,影响定量分析,

为了得到可靠的定量结果,须采用基质匹配校正曲线进行定量分析,使标准溶液和样品溶液具有相同的离子化条件,从而消除样品中基质效应对氟喹诺酮类药物定量测定的影响^[7-9]。荧光检测器具有灵敏度高和选择性好的特点,对样品进行适当的前处理后,基质效应不会影响测定结果。用相同的前处理方法,样品分别注入液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)和高效液相色谱荧光检测器(HPLC-FLD)检测,结果发现质谱受基质影响较大,但其定性准确,可应用为确证方法。本方法用荧光检测器所得谱图干扰较少,回收率稳定。

表 2 8 种喹诺酮类药物的线性方程、相关系数、检出限和定量限

Table 2 8 kinds of quinolones loq, detection limit and linear equation

药物	线性范围/($\mu\text{g/L}$)	线性方程	相关系数	检出限/($\mu\text{g/kg}$)	定量限/($\mu\text{g/kg}$)
麻保沙星	30 ~ 360	$y = 5.16 \times 10^{-1}x + 8.76 \times 10^{-3}$	0.999	8	25
诺氟沙星	15 ~ 180	$y = 1.72 \times 10^2x + 4.44 \times 10^{-2}$	0.999	2	7
环丙沙星	15 ~ 180	$y = 1.71 \times 10^2x + 4.19 \times 10^{-2}$	0.999	2	7
达氟沙星	15 ~ 180	$y = 9.37 \times 10^2x + 2.09 \times 10^{-2}$	0.999	0.5	2
恩诺沙星	15 ~ 180	$y = 2.95 \times 10^2x + 1.83 \times 10^{-2}$	0.999	2	7
二氟沙星	15 ~ 180	$y = 2.36 \times 10^2x + 1.51 \times 10^{-1}$	0.998	2	7
噁唑酸	30 ~ 360	$y = 4.64 \times 10^3x + 1.31 \times 10^{-2}$	0.998	8	25
氟甲喹	30 ~ 360	$y = 7.23 \times 10^3x + 1.68 \times 10^{-2}$	0.998	8	25

2.6.2 回收率和精密度

选用预先验证过的不含氟喹诺酮类药物的鸡肉作为空白样品,并分别添加 8 种氟喹诺酮类标准溶液。每种组分添加 3 个浓度,每个浓度做 6 个平行样。在 5 g 空白样品中加入 10.0 $\mu\text{g/L}$ 的麻保沙星、噁唑酸、氟甲喹标准溶液各 15、30、60 μl ,使样品中 3 种组分的浓度梯度分别为 30.0、60.0、120.0 $\mu\text{g/kg}$,其余 5 种在空白样品中添加 10.0 $\mu\text{g/L}$ 的各标准溶液 7.5、15、30 μl ,使样品中各组分的浓度梯度分别为 15.0、30.0、60.0 $\mu\text{g/kg}$,测得 8 种喹诺酮类药物在鸡肉组织中的平均回收率为 77.6% ~ 98.3%,相对标准偏差(RSD)为 2.8% ~ 9.4%,精密度良好,表明该方法稳定性强、重现性好,回收率能满足我国对动物源食品中喹诺酮类药物残留检测的要求。

2.7 实际样品检测

采用本方法对 315 件样品日常检测,其中包括宠物食品(干)27 份,检出诺氟沙星 2 份,含量分别为 670.0 和 480.0 $\mu\text{g/kg}$,检出率 7.4%。鸡蛋 7 份,检出诺氟沙星和达氟沙星 1 份,含量分别为 43.7 和 31.9 $\mu\text{g/kg}$,检出率 14.3%,鸡肉及鸡熟制品 178 份,猪肉 61 份,鸡肝 42 份,检测结果均小于方法定量限,也远低于规定的最高残留限量。日常检测表明,该方法对氟喹诺酮类药物残留的初筛检测有较好的参考作用。

2.6 方法学参数和回收率

2.6.1 线性范围、相关系数、检出限及定量限

麻保沙星,噁唑酸,氟甲喹配制 30.0、60.0、120.0、180.0、240.0、360.0 $\mu\text{g/L}$ 系列混合标准溶液,其余 5 种药物配制 15.0、30.0、60.0、90.0、120.0、180.0 $\mu\text{g/L}$ 系列混合标准溶液,在上述色谱条件下根据各组分的浓度与其色谱峰面积进行线性回归,呈良好的线性关系。以 3 倍信噪比(S/N)计算,该方法测定动物肌肉组织中 8 种氟喹诺酮类药物的检出限为 0.5 ~ 8 $\mu\text{g/kg}$,以 10 倍信噪比(S/N)计算,该方法的定量限为 2 ~ 25 $\mu\text{g/kg}$ 。各种参数见表 2。

3 小结

以 0.1 mol/L EDTA-McIlvaine 缓冲溶液作为提取剂,PEP-2 净化柱进行净化,ZORBAX C₁₈(4.6 mm \times 250 mm,5 μm)分离,HPLC-FLD 定量检测动物源食品中的 8 种氟喹诺酮类药物,可获得满意回收率。该方法操作简单,适用基质范围广,准确度和灵敏度高,最大限度避免使用有机溶剂,一定程度上有利于操作员的身体健康,而且方法检出限等指标能够满足国内外对氟喹诺酮类药物检测的相关要求。

参考文献

- [1] 中华人民共和国农业部. 农业部公告 1025 号—14—2008 动物源性食品中氟喹诺酮类药物残留检测高效液相色谱法[S]. 北京:中华人民共和国农业部,2008.
- [2] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准管理委员会. GB/T 21312—2007 动物源性食品中 14 种喹诺酮类药物残留检测方法,液相色谱-质谱/质谱法[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [3] 林保银. 鸡肉中 11 种氟喹诺酮类多残留的高效液相色谱检测[J]. 色谱,2009,27(2):206-208.
- [4] 杜黎明,卫洪清,张俊燕,等. 反相高效液相色谱法同时测 6 种氟喹诺酮类药物[J]. 色谱,2003,21(5):503-506.
- [5] 郭伟,刘永,刘宁,等. 超高效液相色谱-电喷雾串联质谱法同时分析鸡肉中七种氟喹诺酮类药物残留[J]. 色谱,2009,27(2):406-411.
- [6] 潘媛,牛华,程晓云,等. 高效液相色谱法检测六种氟喹诺酮类药物残留前处理的优化[J]. 分析实验室,2011,30(5):211-215.

- [7] 孙雷,朱馨乐,张骊,等.牛奶中七种氟喹诺酮类药物残留检测高效液相色谱-串联质谱法研究[J].中国兽药杂志,2008,42(11):16-19.
- [8] 曹彦忠,庞国芳,张进杰,等.蜂蜜中14种氟喹诺酮类药物残留的高效液相色谱-串联质谱测定[J].分析测试学报,2008,27(11):1141-1146.
- [9] 曹鹏,田德金,李佩暖,等.UPLC/MS/MS测定动物组织中4种氟喹诺酮类药物残留量[J].检验检疫科学,2008,18(4):48-50.

实验技术与方法

高效液相色谱-四级杆-飞行时间质谱法同时测定猪肉中31种 β -受体激动剂

刘畅,陈燕,李晓雯,秦峰,王柯
(上海市食品药品检验所,上海 201203)

摘要:目的 建立猪肉中31种 β -受体激动剂的高效液相色谱-四级杆-飞行时间质谱(HPLC-Q-TOF-MS)检测方法。方法 样品经葡萄糖醛苷酶/芳基硫酸酯酶分解,乙腈提取,ODS-C₁₈、乙二胺-N-丙基硅烷粉末(PSA)和无水硫酸镁净化、浓缩后,用Poroshell 120 EC-C₁₈柱(2.1 mm×150 mm,2.7 μ m)分离,以乙腈-0.1%甲酸水溶液作为流动相进行梯度洗脱。在电喷雾正离子(ESI+)电离模式进行检测。高分辨质谱一级全扫描数据用于筛选及定量分析,信息相关扫描(IDA)获得的二级碎片离子信息用于定性确证。结果 31种化合物的检出限(LOD)为0.01~5 μ g/kg,定量限(LOQ)为0.1~10 μ g/kg。所有化合物在LOQ~100 μ g/kg范围内,线性相关系数 $r > 0.99$ 。在低、中、高3个加标水平下,绝大部分化合物回收率为39.0%~151.5%, $RSD < 15\%$ ($n = 5$)。结论 该方法样品处理简单快速、灵敏、准确,适合于猪肉中 β -受体激动剂的筛查及定量测定。

关键词:高效液相色谱;飞行时间质谱; β -受体激动剂;猪肉;瘦肉精;违禁药物;食品安全

中图分类号:R155;TS251.51;O657.63 文献标志码:A 文章编号:1004-8456(2014)05-0464-06

DOI:10.13590/j.cjfh.2014.05.014

Determination of 31 β -agonists in pork by high performance liquid chromatography-Q-time of flight mass spectrometry

LIU Chang, CHEN Yan, LI Xiao-wen, QIN Feng, WANG Ke
(Shanghai Institute for Food and Drug Control, Shanghai 201203, China)

Abstract: Objective A novel analytical method was developed for the determination of 31 β -agonists in pork by high performance liquid chromatography-Q-time of flight mass spectrometry. **Methods** The analytes were extracted from the samples using acetonitrile. After cleaning up with ODS-C₁₈, PSA and MgSO₄, samples were analyzed by HPLC-Q-TOF-MS using an electrospray interface in positive ionization mode. Gradient elution on a Poroshell C₁₈ column (2.1 mm×150 mm, 2.7 μ m) allowed to resolve 31 target compounds and 9 internal standards in a total chromatographic run time of 27 min. **Results** The regression coefficients (r) for the calibration curves (LOQ-100 μ g/kg) were above 0.99. The LODs for 31 validated compounds were from 0.01-5 μ g/kg. The recoveries were in the range of 39.0%-151.5% with $RSD < 15\%$ ($n = 5$). **Conclusion** The results indicated that the method was simple, rapid, sensitive and suitable for the determination of β -agonists in pork.

Key words: High performance liquid chromatography; time of flight mass spectrometry; β -agonist; pork; clenbuterol; illegal drug; food safety

β -受体激动剂是一类化学合成的苯乙醇胺类物

质,可分为苯胺型、苯酚型和苯二酚型。其结构和生理功能类似肾上腺素和去甲肾上腺素,主要用于防治人和动物的支气管哮喘和痉挛。因其具有营养再分配作用,可显著提高动物的瘦肉率,故曾被作为促生长添加剂使用并受到广泛关注^[1]。但人类食用含有该类药物残留的动物源性食品后会出现不良反应,严重时会对健康造成极大伤害,因此,该类药物已被禁

收稿日期:2014-03-19

作者简介:刘畅 女 副主任药师 研究方向为食品安全质量控制与amp;方法 E-mail: ccchangchang@hotmail.com

通讯作者:王柯 男 主任药师 研究方向为食品、化妆品、药品分析 E-mail: wksifdc@163.com