

应用纪要

用于通过LC-MS/MS测定肉类和牛奶中阿凡曼菌素的QuEChERS样品前处理

Masayo Yabu, Mia Summers, Michael S. Young

Waters Corporation



摘要

本应用纪要介绍使用QuEChERS方法和LC-MS/MS技术制备并分析牛奶和碎牛肉中ppb水平的阿凡曼菌素。

优势

- 使用QuEChERS方法实现肉类和牛奶样品的简单、高通量前处理
- 使用快速简便的DisQuE样品前处理方法对复杂样品基质中的阿凡曼菌素进行高灵敏度LC-MS/MS分析
- 实现阿凡曼菌素的十亿分之一(ppb)水平检测，满足特定国家/地区的最大残留量(MRL)要求
- 使用DisQuE产品进行样品前处理符合CEN方法15662

简介

阿凡曼菌素是一种十六元环大环内酯类药物，用作兽用抗寄生虫药。食品中这些化合物的最低允许限值根据全球安全性评估来确定。世界各地的阿凡曼菌素规定MRL各不相同，但通常都在ppb水平范围内。由于牛奶和肉类等食品具有复杂的基质，因此要对其中的阿凡曼菌素进行灵敏的检测会有一定的挑战性。

QuEChERS是一种简单直接的样品前处理技术，需要先进行盐析液体萃取，然后进行可选的分散固相萃取(d-SPE)。利用QuEChERS方法制备样品可实现高通量和高灵敏度的食品分析。虽然QuEChERS常用于水果和蔬菜中的多残留农药分析，但它也可以用于分析家畜产品中的兽药。本应用纪要介绍使用QuEChERS方法和LC-MS/MS技术制备并分析牛奶和碎牛肉中ppb水平的阿凡曼菌素。

实验

UPLC条件

系统：ACQUITY UPLC系统

色谱柱：XSelect CSH C₁₈ XP, 130 Å, 2.5 µm,

	2.1 x 100 mm (部件号186006103)
进样体积:	5 μ L
温度:	50 °C
流动相:	A: 5 mM乙酸铵水溶液 B: 5 mM乙酸铵甲醇溶液
流速:	0.40 mL/min
梯度:	初始条件为70%的流动相B，在5 min内以线性梯度增加至97%，保持8 min，在8.1 min时返回到70%。保持并重新平衡系统10 min
样品瓶:	最大回收样品瓶 (部件号600000670 CV)

MS条件

系统:	Xevo TQ-S质谱仪
电离模式:	电喷雾正离子(ESI+)

在本研究中针对阿凡曼菌素优化的MRM通道、锥孔电压和碰撞室能量如下所示。

化合物名称	MRM通道 (m/z)	锥孔电压(V)	碰撞能量(eV)
阿维菌素	890.5 > 305.5	35	17
伊维菌素	892.5 > 307.5	30	20
多拉菌素	916.5 > 331.2	10	20
依普菌素	914.5 > 186.2	20	17
莫西菌素	640.3 > 528.3	10	5

表1.MRM通道。

样品前处理

初步萃取(QuEChERS)

向一根50 mL离心管中加入10 mL全脂牛奶（经巴氏灭菌），或（对于肉类）加入8 g碎牛肉（80%瘦肉）和2 mL水。加入10 mL乙腈，用力振荡离心管1分钟。加入用于欧洲标准化委员会(CEN) QuEChERS方法的DisQuE袋盐（部件号：186006813），用力振摇1分钟。在4000 rpm下离心15分钟，取1 mL上清液（最上层）用于d-SPE净化。

d-SPE净化

取1 mL上清液转移至含有150 mg硫酸镁和50 mg C₁₈吸附剂的2 mL d-SPE净化管中，用力振摇1分钟。在12000 rpm下离心5分钟，取0.5 mL样品用于LC-MS/MS分析。

结果与讨论

测定低浓度和高浓度下各类固醇激素的回收率（表2）。通过比较在QuEChERS萃取前加标样品（预加标样品）的MRM峰面积与QuEChERS萃取后加标样品（后加标样品）的MRM峰面积来计算回收率。表3展示了各化合物计算所得的基质效应。通过比较后加标样品的MRM峰面积与使用乙腈制备的等效标准品的MRM峰面积来计算基质效应。图1和图2分别展示了分析加标低浓度阿凡曼菌素的肉类和牛奶样品获得的LC-MS/MS色谱图。

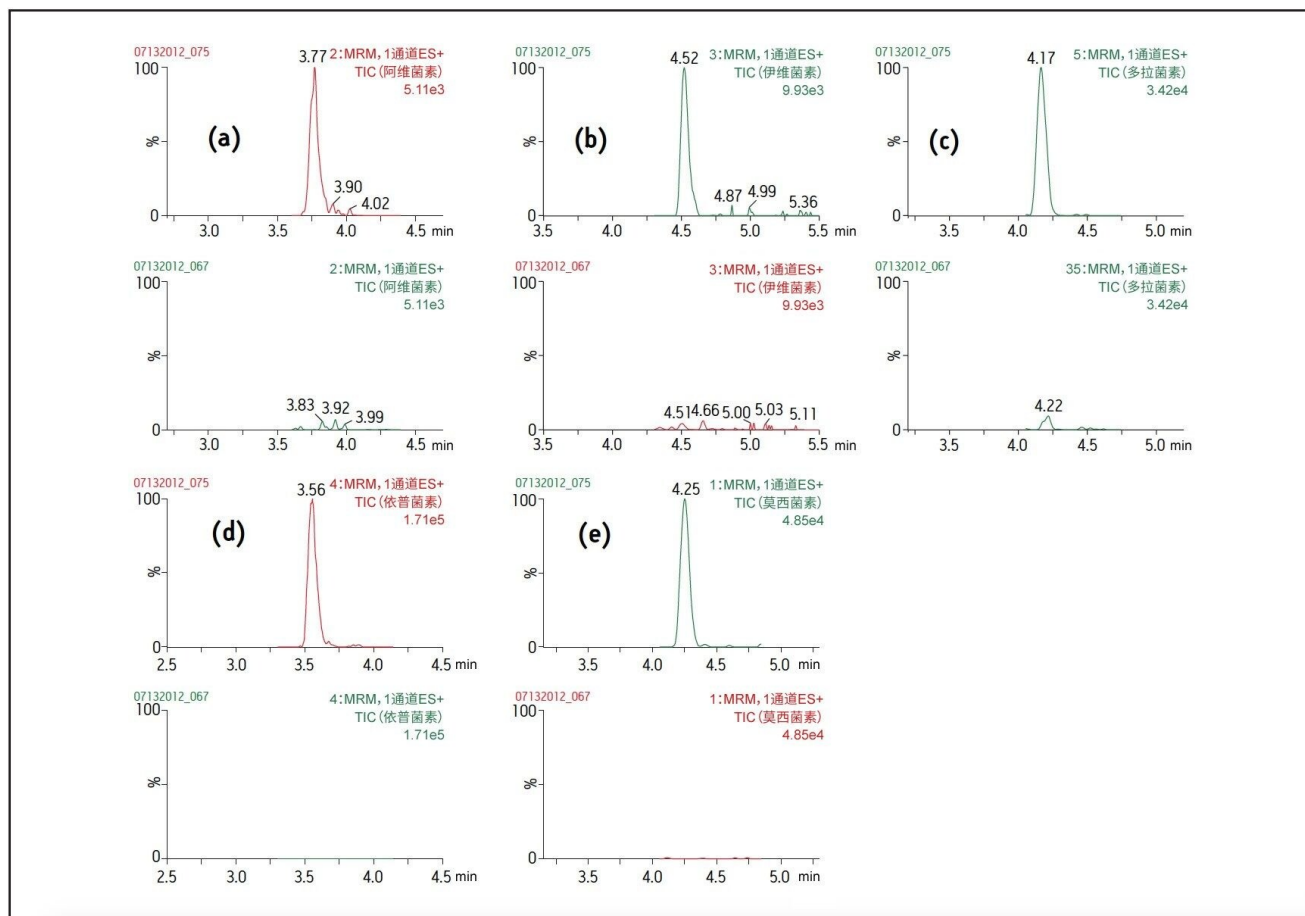


图1.从碎牛肉样品获得的阿凡曼菌素LC-MS/MS色谱图；上面的迹线是低浓度加标样品，下面的迹线是碎牛肉空白样。(a)阿维菌素 (b)伊维菌素 (c)多拉菌素 (d)依普菌素 (e)莫西菌素。

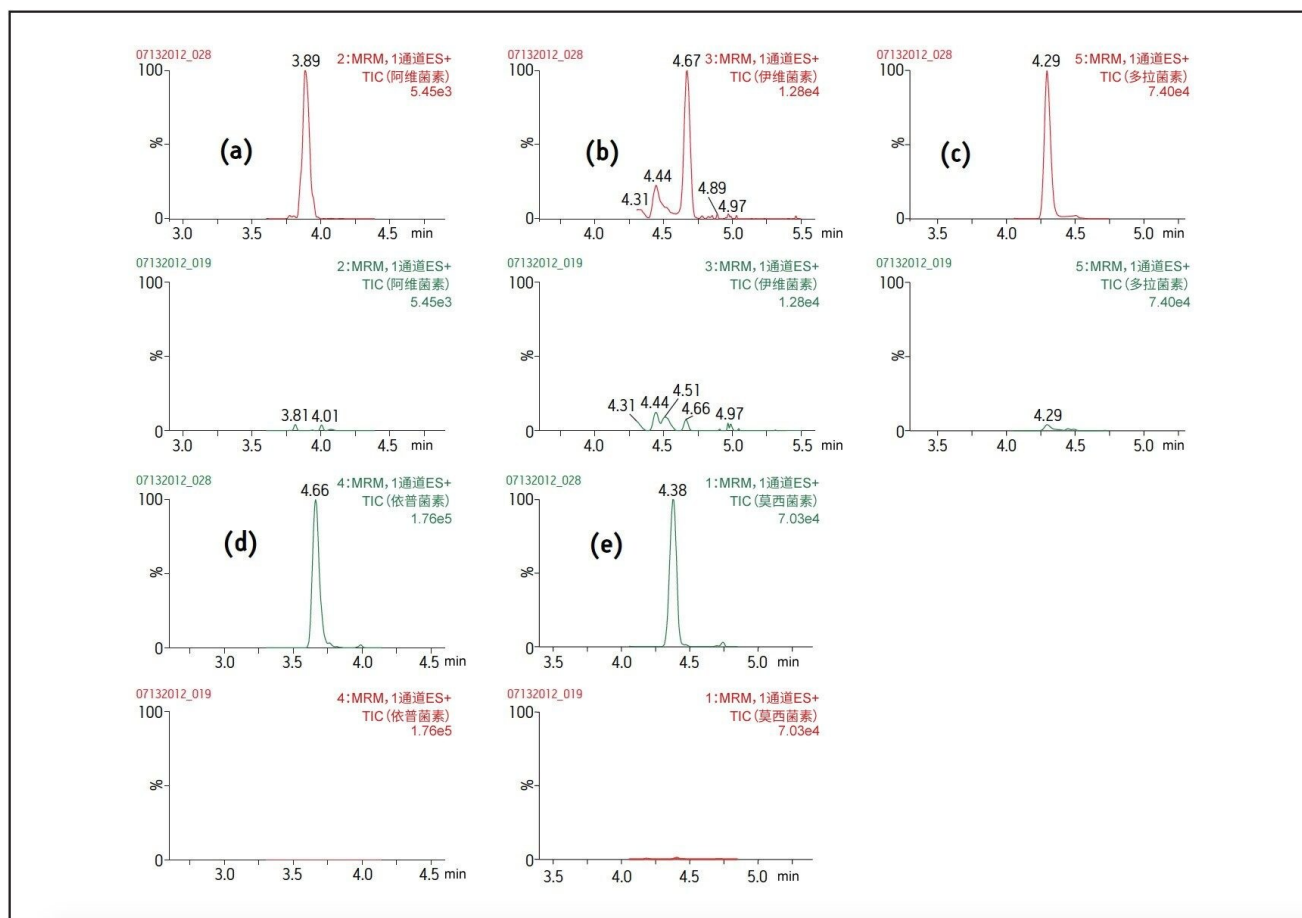


图2.从全脂牛奶样品获得的阿凡曼菌素LC-MS/MS色谱图；上面的迹线是低浓度加标样品，下面的迹线是全脂牛奶空白样。(a)阿维菌素 (b)伊维菌素 (c)多拉菌素 (d)依普菌素 (e)莫西菌素。

浓度水平	浓度范围(ppb)		平均回收率% (RSD%) n=5			
	低水平	高水平	碎牛肉		全脂牛奶	
			低水平	高水平	低水平	高水平
阿维菌素	1	10	94(3.6)	88(3.6)	86(14.0)	89(3.7)
伊维菌素	1	10	98(17.7)	85(3.1)	84(5.3)	83(14.8)
多拉菌素	10	100	89(4.8)	85(4.2)	101(11.7)	90(5.0)
依普菌素	10	100	99(2.9)	91(1.5)	94(3.9)	93(3.0)
莫西菌素	10	100	90(4.2)	87(1.8)	100(2.4)	90(5.6)

表2.碎牛肉和全脂牛奶样品中的阿凡曼菌素回收率。

浓度水平	浓度范围(ppb)		基质效应(%)* n=5			
	低水平	高水平	碎牛肉		全脂牛奶	
			低水平	高水平	低水平	高水平
阿维菌素	1	10	105	96	109	93
伊维菌素	1	10	73	95	83	95
多拉菌素	10	100	96	92	109	105
依普菌素	10	100	127	131	92	100
莫西菌素	10	100	101	94	71	85

表3.碎牛肉和全脂牛奶样品中的阿凡曼菌素基质效应。

* 基质效应(%) = 峰面积 (后加标样品) / 峰面积 (标准品) × 100

值 > 100%表示电离增强

值 < 100%表示电离抑制

在分析全脂牛奶和碎牛肉等棘手基质中的阿维菌素、伊维菌素、多拉菌素、依普菌素和莫西菌素时，使用DisQuE样品前处理吸附剂袋获得了良好的回收率。QuEChERS萃取是一种简单直接的样品前处理方法，已被证明可有效提取牛奶和肉类中的阿凡曼菌素。在LC-MS/MS分析之前结合d-SPE净化步骤有助于可靠定量复杂基质中低ppb水平的阿凡曼菌素。

结论

- DisQuE袋(QuEChERS)方案是一种从牲畜产品中提取阿凡曼菌素的简单有效的方法。
- DisQuE样品前处理可在LC-MS/MS分析之前实现出色的样品净化，并实现较高的分析物回收率和很小的基质效应。
- DisQuE萃取与LC-MS/MS分析相结合，使用eXtended Performance [XP] 2.5 μm色谱柱对复杂基质中的阿凡曼菌素进行了低ppb水平的定量分析，实现了可靠的检测。

特色产品

ACQUITY UPLC系统 <<https://www.waters.com/514207>>

Xevo TQ-S <<https://www.waters.com/10160596>>

720004440ZH, 2013年6月



©2019 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[使用条款](#) [隐私](#) [商标](#) [网站地图](#) [招聘](#) [Cookie](#) [Cookie设置](#)

[沪ICP备06003546号-2](#) [京公网安备 31011502007476号](#)