

使用ACQUITY™ Premier和Xevo™ TQ-S Micro增强金属亲和兽药的分析性能

Karl Lo, Pavan Kukkadapu, Padmakar Wagh博士, Mark Ritchie

Waters Corporation

这是一份应用简报，不包含详细的实验部分。

摘要

MaxPeak™高性能表面(HPS)的应用可减少金属敏感化合物的相互作用，从而提高这些化合物在液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)分析中的响应值。本研究证明Waters™ ACQUITY™ Premier UPLC™系统与Xevo TQ-S micro能够分析一系列具有代表性的主要兽药，并展示了MaxPeak高性能表面(HPS)针对已知金属敏感化合物四环素的分析性能改进。

优势

提高金属敏感兽药的分析灵敏度，扩展旧方法的检测限

简介

监测食品原料中的兽药对公共卫生和贸易非常重要。这些药物的化学性质从强极性到完全非极性各不相同，但也有些药物，特别是四环素，对金属离子具有亲和力，以至于在使用不锈钢流路的色谱系统中产生不需要的相互

作用。本文介绍Waters ACQUITY Premier系统的应用，以分析牛奶中具有代表性的各种兽药化合物为例，证实该系统可通过MaxPeak HPS避免与具有金属亲和力的化合物发生相互作用。此外，本文还介绍了与典型不锈钢UPLC相比分析金属敏感兽药时的性能优势。

实验

按照参考文献(1)中描述的方案，对使用18种兽药标准品（浓度范围为1–50 µg/kg）加标的牛奶样品进行样品前处理。使用连接到Waters Xevo TQ-S micro串联四极杆质谱仪的Waters ACQUITY Premier系统或Waters ACQUITY UPLC H-Class系统分析样品。两种UPLC系统都配有四元泵和流通针式(FTN)自动进样器，在流路和梯度输送方面尽可能相似。ACQUITY Premier系统使用ACQUITY Premier BEH™ C₁₈ 1.7 µm 2.1 x 100 mm色谱柱，ACQUITY UPLC H-Class系统使用ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 1.7 µm 2.1 x 100 mm色谱柱。两种LC系统均使用溶剂(A)0.1%甲酸和(B)甲醇，将2% B的初始混合物保持2分钟，然后在5分钟内应用30%–80% B的梯度，在最后2分钟内从45% B快速上升到70% B。MS/MS分析对每个化合物使用两个通道。使用的多重反应监测(MRM)通道见参考文献(1)，但离子源和碰撞池参数已针对本研究的仪器进行了优化。

结果与讨论

使用ACQUITY Premier-Xevo TQ-S micro系统时，我们选择了18种研究化合物代表基质中的所有主要兽药，这些化合物均在校准范围内成功检出，并且观察到良好的线性。这些结果表明ACQUITY Premier适用于分析所有主要兽药。表1总结了18种兽药的线性和R²，研究化合物的线性范围为≤2~50 µg/kg，R²>0.990，残差<15%。

兽药	线性范围(R ²)
磺胺	2–50 µg/kg (0.9947)
沙丁胺醇	1–50 µg/kg (0.9988)
卡巴氧	1–50 µg/kg (0.9894)
磺胺甲基嘧啶	1–50 µg/kg (0.9942)
磺胺二甲嘧啶	1–50 µg/kg (0.9943)
莱克多巴胺	2–50 µg/kg (0.9913)
保泰松	2–20 µg/kg (0.9902)
环丙沙星	2–50 µg/kg (0.9939)
青霉素G	2–20 µg/kg (0.9908)
恩诺沙星	2–50 µg/kg (0.9930)
地塞米松	1–50 µg/kg (0.9995)
苯唑西林	1–50 µg/kg (0.9911)
林可霉素	1–50 µg/kg (0.9968)
四环素	2–50 µg/kg (0.9912)
土霉素	2–50 µg/kg (0.9940)
金霉素	1–50 µg/kg (0.9950)
红霉素	2–50 µg/kg (0.9960)
氯霉素	2–50 µg/kg (0.9960)

表1.牛奶基质中加标的18种兽药的样品浓度线性范围（以µg/kg为单位）和R²

通过比较两个系统生成的数据可以发现，当使用搭载HPS技术的系统时，金属敏感化合物四环素的灵敏度明显有所提高。图1显示了应用MaxPeak HPS的系统与未应用该表面的标准UPLC系统之间校准点的峰面积(%)差异。使用MaxPeak HPS时，这些化合物的响应提高60%~90%，因为这些化合物不再与UPLC系统和色谱柱内的金属表面相互作用，因此峰面积计数方面的响应也随之增加。图2显示了使用这两个系统分析三种四环素的MRM色谱图。

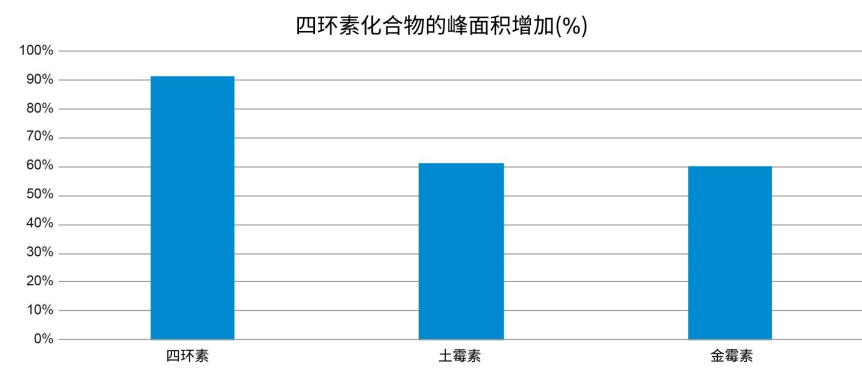


图1.应用MaxPeak HPS的系统与未经处理的不锈钢UPLC系统对牛奶基质中四环素化合物的峰面积差异(%)

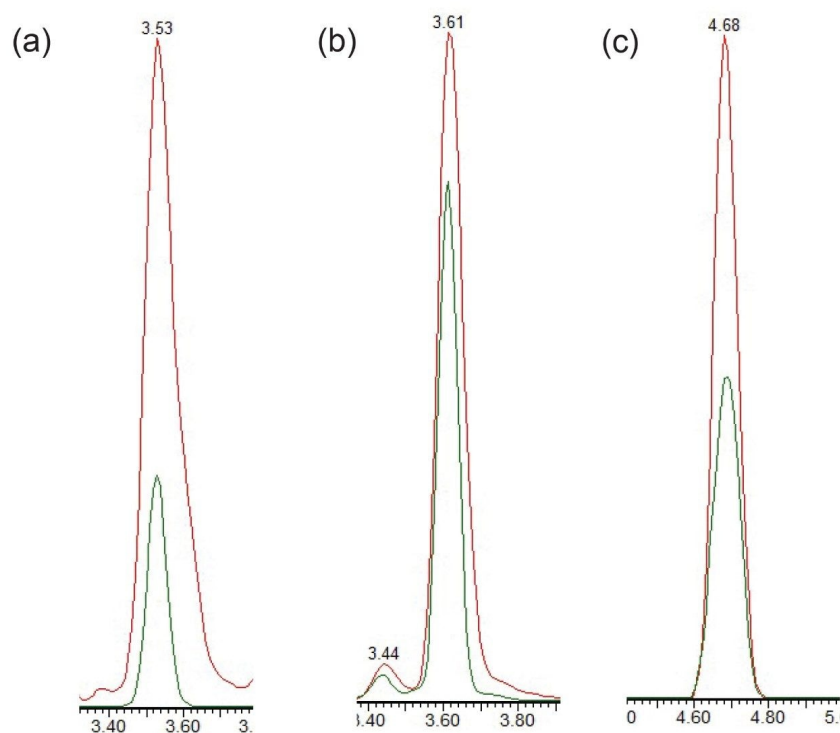


图2.叠加色谱图，显示了HPS对已知金属敏感化合物的影响。红色和绿色分别表示HPS和不锈钢系统分析(a)四环素(ESI^+ , $445.45 > 410.00$)、(b)金霉素(ESI^+ , $479.30 > 444.18$)和(c)土霉素(ESI^+ , $461.26 > 426.13$)的结果。

结论

ACQUITY Premier系统适用于分析食品基质中的兽药。此外，该系统的MaxPeak HPS减少了金属相互作用，在分析牛奶基质中的兽药时提高了金属敏感化合物（本例中为四环素）的灵敏度。

参考资料

1. Michael S. Young, Kim Van Tran. 针对用于LC/MS/MS多残留测定牛奶中兽药的萃取及纯化方案进行优化. 沃特世应用纪要, [720004089ZH](#), 2011年8月.

特色产品

ACQUITY Premier系统 <<https://www.waters.com/waters/nav.htm?cid=135077739>>

ACQUITY UPLC H-Class PLUS系统 <<https://www.waters.com/10138533>>

Xevo TQ-S micro三重四极杆质谱仪 <<https://www.waters.com/134798856>>

720007545ZH, 2022年2月

© 2022 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