

鸡肉中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的测定

摘要

本文参考《GB 31658.5-2021 食品安全国家标准 动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》，使用 SPE1000 全自动固相萃取系统对鸡肉中的氟苯尼考及其代谢物氟苯尼考胺进行固相萃取富集，使用 Flex-MVP 全自动真空平行浓缩仪及 M64 高通量平行浓缩仪进行浓缩，用高效液相色谱质谱仪进行检测。

本方案可实现自动化、高通量的萃取及浓缩，有效避免和减少有机试剂对分析人员造成的健康危害，减少人员操作、减少人为误差。检测结果证明使用莱伯泰科的全自动固相萃取净化、真空平行浓缩仪浓缩，方法准确性好、精密度高、可以实现高通量自动化的检测。

关键词：

氟苯尼考及氟苯尼考胺；固相萃取；浓缩；动物源性食品；

1. 仪器设备

SPE1000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科；

Flex-MVP 全自动真空平行浓缩仪，莱伯泰科；

M64 高通量平行浓缩仪，莱伯泰科；

MiniLab3000 全自动液体处理平台，莱伯泰科；

4500 液相色谱串联质谱，SCIEX；



2. 标准工作液的配制

取 1 mL 氟苯尼考标品于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容，配置成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

取 1 mL 氟苯尼考胺标品于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容，配置成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

分别取 1 mL 的氟苯尼考及氟苯尼考胺 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备液于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容到 10 mL，配制成 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准工作液。

取 1 mL 氯霉素 D5 标品于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容，配置成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

取 100 μL 的氯霉素 D5 标准储备液于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容到 10 mL，配制成 100ng/mL 标准工作液。

* 注：同方法制备基质匹配标准溶液

3. 样品前处理

称取试料 2g(准确到士 0.02g) ，于 50mL 离心管中，加氘代氯霉素内标溶液 100 μ L，涡动混匀，静置 15min。加乙酸乙酯 - 氨水溶液 10mL，涡动 1min，3000r/min 离心 5 min，取上清液于 100mL 浓缩瓶中，残渣重复提取 2 次，合并 3 次提取液。浓缩瓶中加入 5% 乙酸 2mL，振荡混匀，于 40 $^{\circ}$ C 水浴中浓缩至 1.5mL。转至另一 50mL 离心管中，用 5% 乙酸 2mL 洗涤浓缩瓶，洗涤液转至同一离心管，加正己烷 5mL 脱脂，涡动 1min,3000r/min 离心 5 min，弃上层，下层提取液重复脱脂一次，备用。按照表 1 所示方法使用 SPE1000 对样品进行固相萃取。萃取完成后收集洗脱液，使用 M64 氮吹浓缩至干，用 30% 的乙腈水 0.5mL 定容，待分析仪器分析。

同时做样品空白，加入内标 200 μ L，剩下同样品处理。

表 1 固相萃取 (MCX 柱子, 保留目标物)

序号	步骤	溶剂	体积 mL	流速 mL/min	干燥
1	活化	甲醇	3	3	0
2	活化	水	3	3	0
3	上样	/	5	3	0
4	洗针	/	/	/	/
5	淋洗	酸化水	2	3	0
6	淋洗	水	2	3	300
7	洗脱	洗脱液	5	3	30

4.UPLC-MS 仪器条件

色谱柱: Shim-pack Velox C18 (2.7 μ m, 2.1*100mm) ;

检测方式: 多反应监测 (MRM) , 定量、定性离子对见表 2。

5. 结果

5.1 色谱图

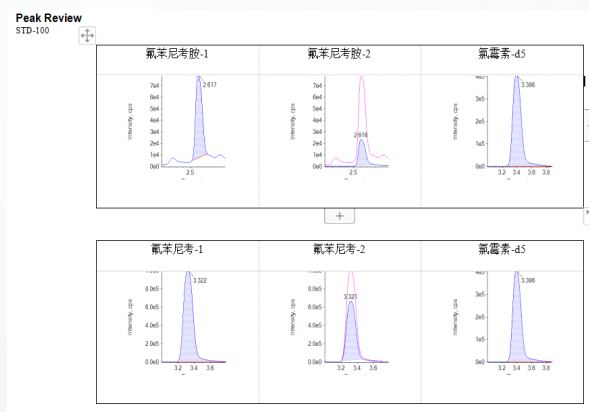


图 1 鸡肉中氟苯尼考及氟苯尼考胺标品色谱图

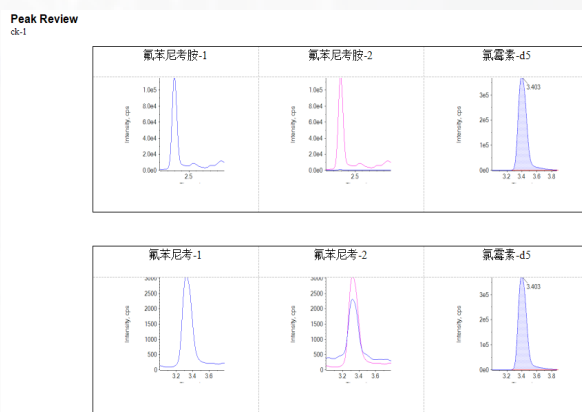


图 2 空白样品色谱图

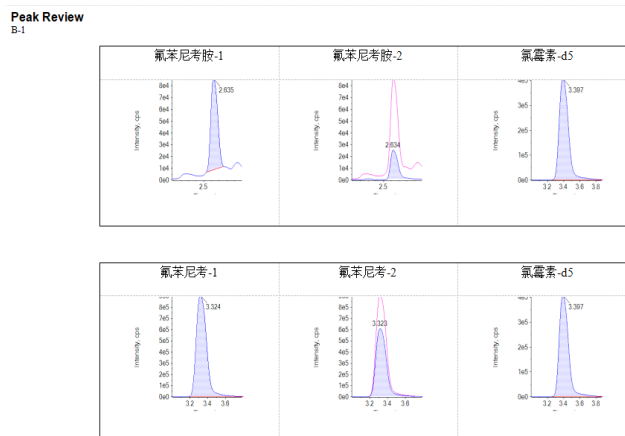


图 3 样品加标色谱图

5.2 准确性、精密度

本方法采用莱伯泰科 SPE 1000 全自动固相萃取系统和 Flex-MVP 全自动真空平行浓缩仪、M64 高通量平行浓缩仪进行鸡肉中的氟苯尼考及氟苯尼考胺加标测试实验，通过 LC-MS/MS 分析得到样品的加标回收情况：经过实验测试，实验过程中未引入干扰，样品加标回收率结果在 90.8 ~ 106.7% 之间，RSD 在 2.8 ~ 4.8% 之间。符合《GB 31658.5-2021 食品安全国家标准 动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》回收率在 70% ~ 120%、RSD ≤ 20% 的标准要求，三款仪器使用方法简便，适用于动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的测定。

6. 方案特点

莱伯泰科 MVP 高通量真空平行浓缩仪能够快速完成 SPE1000 全自动固相萃取系统可实现最多八个样品同时上样，收集架可直接放入 M64 高通量平行浓缩仪中进行氮吹浓缩操作，中间无需样品转移可提高实验效率及减少目标物损失，两款仪器使用方法简便、操作灵活，适用于鸡肌肉中氟苯尼考及氟苯尼考胺的测定。

参考文献：GB 31658.5-2021 食品安全国家标准 动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号