

氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考空白样品加标考察

(广州禾信仪器股份有限公司, 广东 广州 510530)

摘要: 利用经过前处理过后的阴性样品, 在阴性样品溶液中加入相应浓度的混标标品, 评估阴性样品中基质干扰对仪器灵敏度的影响, 观察在 OPSI 模式下是否能达到可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定, 液相色谱-串联质谱法 (GB/T 20756-2006)的法定检出限。

关键词: 氯霉素;甲砒霉素;氟苯尼

1 测试条件

1.1 实验样品

采用的标品为氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考标准品信息如下两表所示:

表一 甲砒霉素和氟苯尼考标准品测试信息

序	样品	分子式	精确分子	CAS	检测	特征峰	来源
1	氯霉素	C ₁₁ H ₁₂ Cl ₂	322.0123	56-75-7	[M-H ⁺]	321.00446	Dr.Ehrenstorfer
1	甲砒霉素	C ₁₂ H ₁₅ Cl ₂	355.00477	15318-45-3	[M-H ⁺]	353.99694	安诺提供
2	氟苯尼考	C ₁₂ H ₁₄ Cl ₂	357.00043	73231-34-2	[M-H ⁺]	355.99260	安诺提供

表二 甲砒霉素和氟苯尼考在食品安全国家标准中的测试方法

标准	检测限	定量限
可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素残留量的测定液相色谱-串联质谱法 (GB/T 20756-2006)	0.1μg/kg	/
可食动物肌肉、肝脏和水产品中甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定液相色谱-串联质谱法 (GB/T 20756-2006)	1μg/kg	/

1.2 实验仪器

OPSI-TOF-9(L); 液相色谱泵: EX-1700s-HPLC;

1.3 实验条件

泵流速: 100ul/min

电离模式: ESI-, 电压: -4000V

雾化气气压：0.35MPa

进样口温度：240°C

2 实验方法

2.1 阴性样品前处理、阴性样品后加标和混标溶液的处理

1) 阴性样品加标前处理方案

称取 5g 试样，精确至 0.01g，置于 50mL 聚丙烯离心管中，加入 30mL 氨化乙酸乙酯，匀质提取 30s，加入 5g 无水硫酸钠，涡旋混匀，4000r/min 离心 5min，上清液转移至 50mL 鸡心瓶中，在 45°C 旋转蒸发仪浓缩至干。加入 1mL 甲醇水【甲醇：水=4:1（体积比）】溶解残渣，涡旋混匀，过 0.22 μ m 滤膜，上机检测。

2) 阴性样品后加标

从 100 μ g/L 的混标溶液中移取出 100 μ L 到 900 μ L 的阴性样品中，混匀即可得到浓度约为 2.2 μ g/kg。

3) 2 μ g/L 混标溶液的配制

从 100 μ g/L 的混标溶液中移取出 20 μ L 到 980 μ L 的甲醇溶液中，混匀即可。

2.2 具体操作方法

1) 将浓度为 2 μ g/L 的混标溶液用 OPSI-HESI 离子源检测，每次进样量为 1 滴（约 8 μ L），记录实验结果。

2) 将浓度为 2.2 μ g/L 的阴性样品后加标溶液用 OPSI-HESI 离子源检测，每次进样量为 1 滴（约 8 μ L），记录实验结果。

3 实验结果

3.1 2 μ g/L 的混标溶液实验结果

1) 将浓度为 2 μ g/L 的混标溶液用 OPSI-HESI 离子源检测，每次进样量约为 8 μ L，得出氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的质谱结果如下图 1、图 2 和图 3 所示，其中 2 μ g/L 的氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考检测到的信号强度分别为 210、190 和 200，以及对应的空白噪音为 4、3 和 3。它们的信噪比分别为 53、63 和 67。

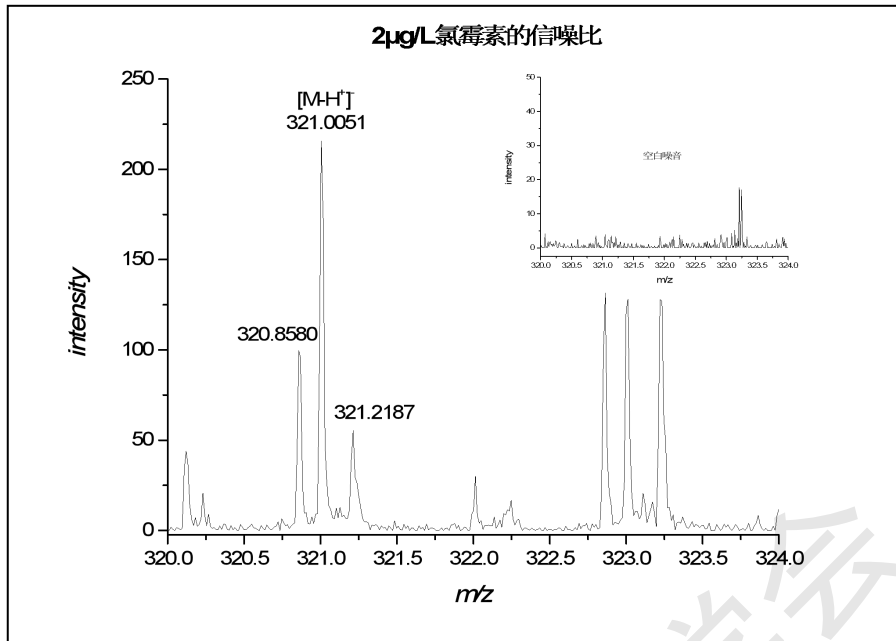


图 1 2 μ g/L 氯霉素的质谱图

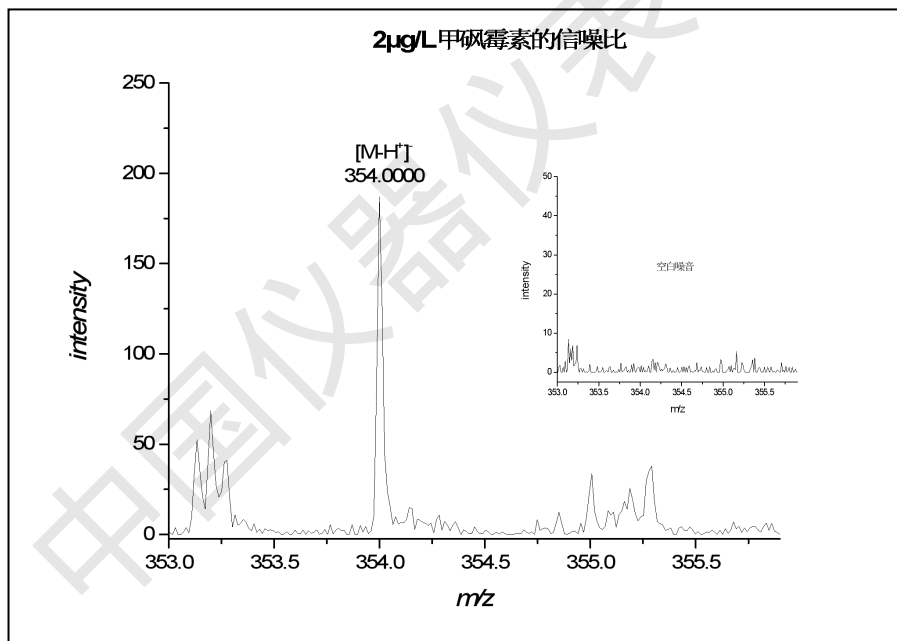


图 2 2 μ g/L 甲砒霉素的质谱图

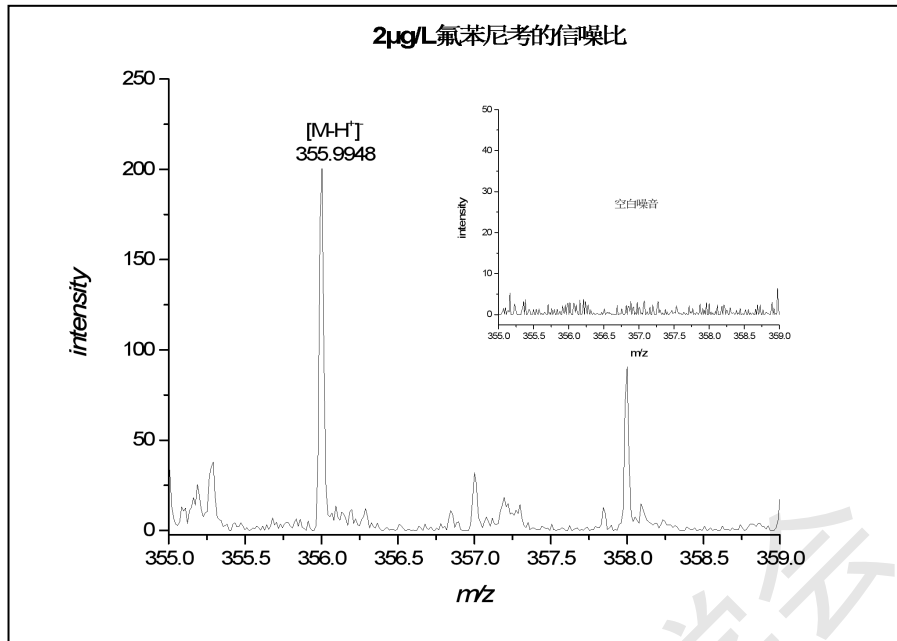


图3 2 μ g/L 氟苯尼考的质谱图

2) 将含量为 2 μ g/kg 的阴性样品后加标溶液用 OPSI-HESI 离子源检测，每次进样量约为 8 μ L，得出氯霉素、甲矾霉素和氟苯尼考的质谱结果如下图 4、图 5 和图 6 所示。

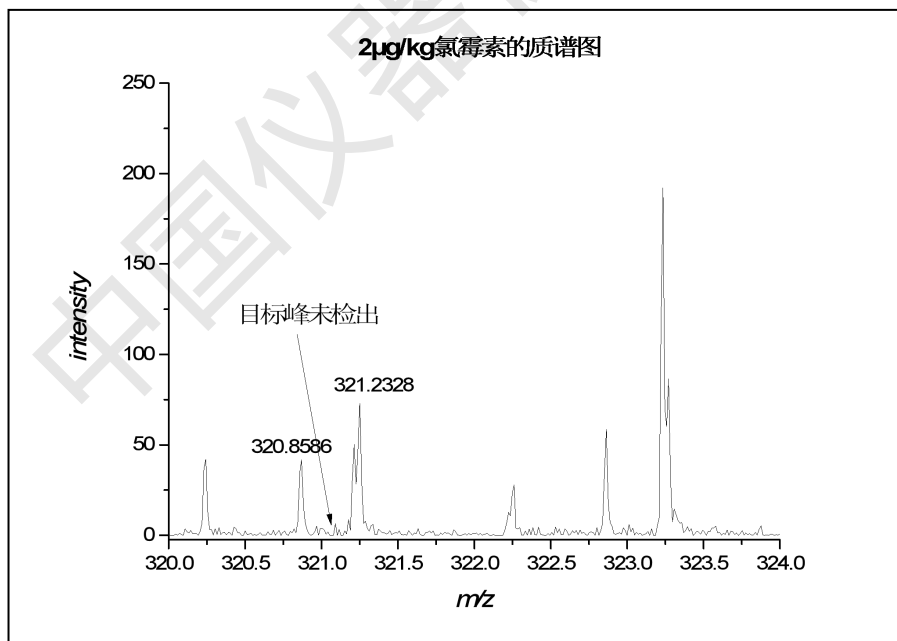


图4 2 μ g/kg 氯霉素溶液质谱图

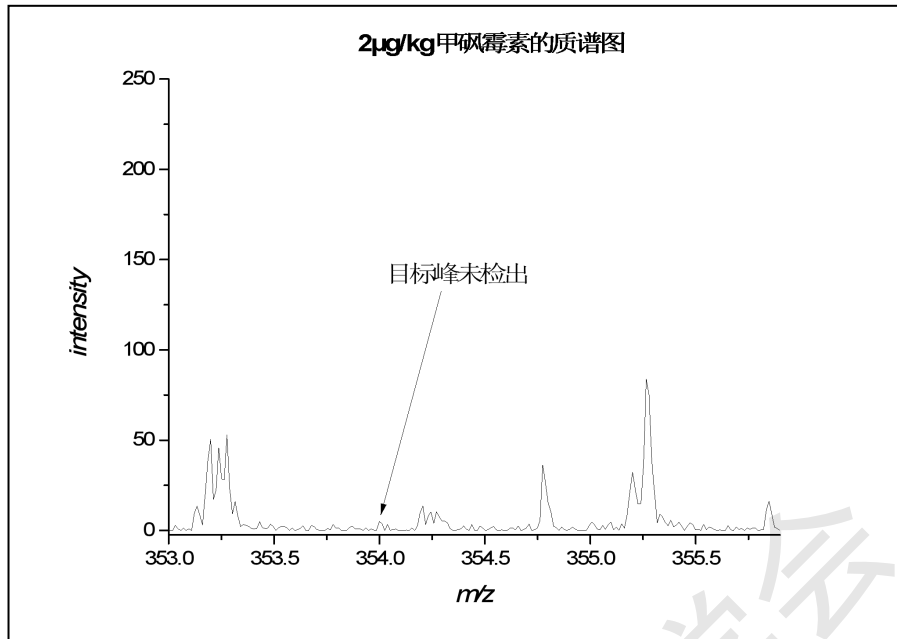


图 5 2 μ g/kg 甲砒霉素溶液质谱图

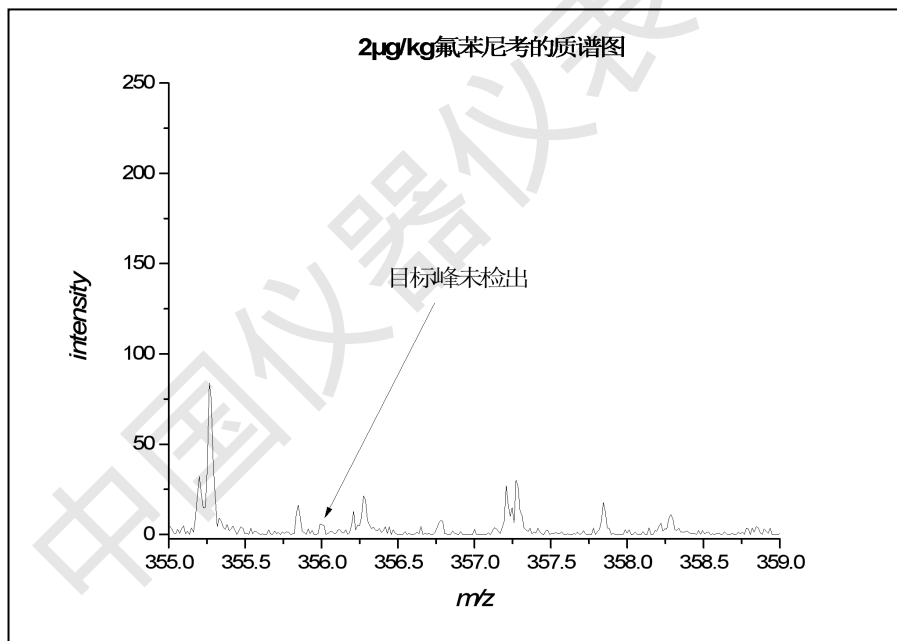


图 6 2 μ g/kg 氟苯尼考溶液质谱图

4 测试结论

用 OPSI-HESI 源对经前处理后阴性样品（也就是上次加标未检出的加标样品）进行后加标（混标：含氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考）处理测试，同时也进行同浓度溶剂加标测试：
 1.溶剂加标（2 μ g/L）的三种目标物信噪比都大于 50；
 2.后加标阴性样品（浓度：2 μ g/kg）用 OPSI-HESI 源测试三种目标物都未检出，从结果来看若肌肉、肝脏和水产品在在前处理过程未

脱脂完全对后面目标物的检出影响加大，会导致灵敏度大大降低。

中国仪器仪表学会