

全自动固相萃取测定罗非鱼中的氯霉素

公丕学

(山东省食品药品检验研究院, 山东 济南 250101)

摘要: 氯霉素可作用于细菌核糖核蛋白体的 50S 亚基, 而阻挠蛋白质的合成, 属于抑菌性广谱抗生素, 能够用于人体某些疾病的治疗, 以及作为兽药用于防范及治疗动物疾病。在日常生活中氯霉素等激素类药物会广泛应用于养殖业, 例如鱼、虾等水产类食品, 养殖户为了所养殖的鱼、虾能够快速生长, 并且不生病, 会放很多抗生素类药物到养殖的水中, 从而造成药物在动物体内及动物体表富集, 而人类食用这些肉类会使兽药残留进入人体, 从而影响身体健康。

关键词: SPE1000; MiniLab3000; M64; GB31658.2-2021; 氯霉素; 动物性食品

1. 仪器设备及试剂耗材

1.1 仪器设备

- 1.1.1 SPE1000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科公司；
- 1.1.2 SCIEX-4500 液相色谱-质谱仪，AB 公司；
- 1.1.3 MinLab3000 全自动液体处理平台，莱伯泰科公司；
- 1.1.4 M64 高通量平行浓缩仪，莱伯泰科公司；
- 1.1.5 离心机；
- 1.1.6 震荡仪。

1.2 试剂耗材

- 1.2.1 甲醇（色谱纯，Fisher Chemical）；
- 1.2.2 乙腈（色谱纯，Fisher Chemical）；
- 1.2.3 正己烷（色谱纯，Fisher Chemical）；
- 1.2.4 乙酸乙酯（色谱纯，Fisher Chemical）；
- 1.2.5 氯化钠（分析纯）；
- 1.2.6 4%氯化钠溶液：取 4g 氯化钠（2.5）用水溶解并稀释至 100mL，临用现配；
- 1.2.7 水饱和乙酸乙酯：取 400mL 乙酸乙酯（2.4）于 500mL 棕色试剂瓶中，加水 50mL，加盖、振摇、静置，使用时取上层溶液；
- 1.2.8 C18 固相萃取柱：1000mg/6mL（莱伯泰科）。

1.3 标准溶液

- 1.3.1 内标储备液： $\rho=100\mu\text{g/mL}$ ，氘代氯霉素，国家标准物质；
- 1.3.2 氯霉素储备液： $\rho=100\mu\text{g/mL}$ ，国家标准物质；
- 1.3.3 内标工作液：精密量取内标储备液适量，用流动相稀释成浓度为 100ng/mL 的内标工作液。4°C 保存，有效期 6 个月。
- 1.3.4 氯霉素标准工作液：精密量取氯霉素标准储备液适量，用流动相稀释成浓度为 100ng/mL 的标准工作液。4°C 保存，有效期 6 个月。

2. 实验过程

2.1 提取

取鱼肉 5g，加内标溶液 50 μL 、氯霉素标准溶液 50 μL 、乙腈 5mL、4%氯化钠溶液 5mL，涡旋振荡 2min，4000r/min 离心 10min，取上清液，残渣重复提取 1 次，合并上清液。加正己烷 5mL，涡旋振荡 1min，2000r/min 离心 10min，弃去上层液，正己烷重复处理 1 次。加水饱和的乙酸乙酯溶液 5mL，涡旋振荡 1min，2000r/min 离心 10min，上层液转移到 20mL 上样瓶中，重复提取 1 次，合并提取液，氮气吹干，加水-乙腈（95+5）3mL 使溶解，备用。