

## QuEChERS 方法检测蜂蜜和食醋中阿维菌素类药物残留

SGLC-LC/MS-024

**摘要：**本应用建立了蜂蜜和食醋中阿维菌素、埃普利诺菌素、伊维菌素、多拉菌素药物残留的测定方法。采用岛津的 SHIMSEN QuEChERS 产品对样品进行净化，Shim-pack GIST 色谱柱进行分离，岛津串联质谱 LCMS-8050 检测分析。对空白样品进行 5.0 µg/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示：蜂蜜 5.0 µg/kg 加标浓度的平均回收率为 94.96%-113.90%，RSD 为 2.05%-7.93%；食醋 5.0 µg/kgL 加标浓度的平均回收率为 83.45%-100.40%，RSD 为 1.70%-11.14%。该方法操作简单、快速、回收率高，重现性好，适用于蜂蜜和食醋样品中阿维菌素类药物残留的测定。

**关键词：**QuEChERS 阿维菌素 蜂蜜 食醋 LC-MS/MS

### 1. 实验部分

#### 1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：Shimadzu LC-30A 与 LCMS-8050 联用系统；

色谱柱：Shim-pack GIST C18, 50×2.1 mm, 2 µm (P/N: 227-30001-02)；

SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用提取包 (QuEChERS Extract Tubes for Vet Drugs In Foods; P/N 380-00155) ；

SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用净化包 (QuEChERS Dispersive Tubes for Vet Drugs In Foods; P/N 380-00147) ；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05) ；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01) ；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02) ；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04) ；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06) 。

#### 1.2 分析条件

##### UHPLC 条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18, 50×2.1 mm, 2 µm (P/N: 227-30001-02)

流 速：0.3 mL/min

进样量：5 µL

柱 温：40 °C

流动相： A: 5 mM 乙酸铵溶液      B: 乙腈

梯度洗脱程序如下：

时间 (Min)	0	3	4	4.5	6
A (%)	20	0	0	20	20
B (%)	80	100	100	80	80

### 质谱条件

离子化模式：ESI，负离子扫描

扫描模式：多反应监测(MRM)

碰撞气：氩气

加热气：氮气 10 L/min

雾化气：氮气 3 L/min

干燥气：氮气 10 L/min

接口温度：300 °C

DL 温度：250 °C

加热模块温度：400 °C

各化合物 MRM 参数见下表

药物名称	前体离子 (m/z)	产物离子 (m/z)	Q1 Pre Bias	CE	Q3 Pre Bias
阿维菌素	871.40	565.35*	26.0	27.0	28.0
	871.40	229.15	26.0	37.0	11.0
埃普利诺菌素	912.40	876.55*	26.0	18.0	24.0
	912.40	565.15	26.0	28.0	28.0
伊维菌素	873.40	229.10*	26.0	28.0	28.0
	873.40	567.30	26.0	35.0	25.0
多拉菌素	897.40	591.50*	26.0	30.0	22.0
	897.40	229.25	26.0	25.0	15.0

\*定量离子对

## 1.3 样品前处理

### 1.3.1 蜂蜜前处理

精密称取蜂蜜样品 5.0 g，加 10 mL 水，手动振摇 30 s，加 10 mL 乙腈，手动振摇 30 s，加入 SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用提取包（380-00155，QuEChERS Extract Tubes for Vet Drugs In Foods 50/p），手动振摇 30 s，6000 rpm 离心 2 min，取 2 mL 上清液转移至 SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用净化包（380-00147，QuEChERS Dispersive Tubes for Vet Drugs In Foods 100/p）中，手动振摇 30 s，6000 rpm 离心 2 min，取上清液过 0.22 μm 微孔滤膜，进 LC-MS/MS 分析。流程图见下图 1。

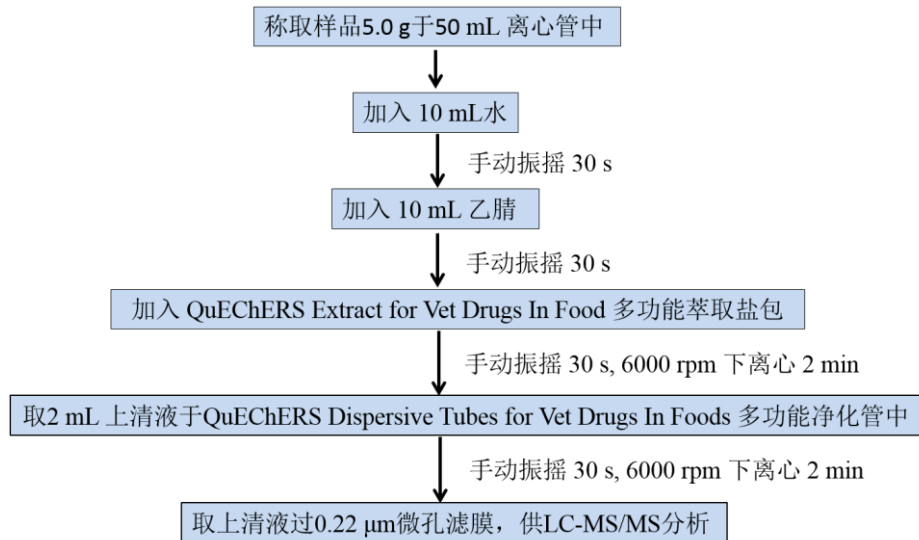


图 1 蜂蜜样品提取、净化流程图

### 1.3.2 食醋前处理

精密称取食醋样品 5.0 g，加 5 mL 水，手动振摇 30 s，加 10 mL 乙腈，手动振摇 30 s，加入 SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用提取包（380-00155，QuEChERS Extract Tubes for Vet Drugs In Foods 50/p），手动振摇 30 s，6000 rpm 离心 2 min，取 2 mL 上清液转移至 SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用净化包（380-00147，QuEChERS Dispersive Tubes for Vet Drugs In Foods 100/p）中，手动振摇 30 s，6000 rpm 离心 2 min，取上清液过 0.22 μm 微孔滤膜，进 LC-MS/MS 分析。流程图见下图 2。

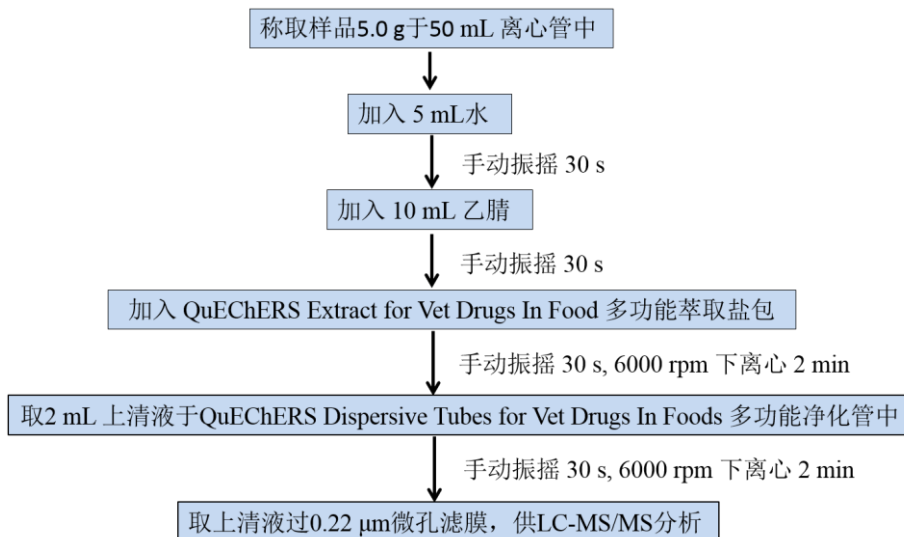
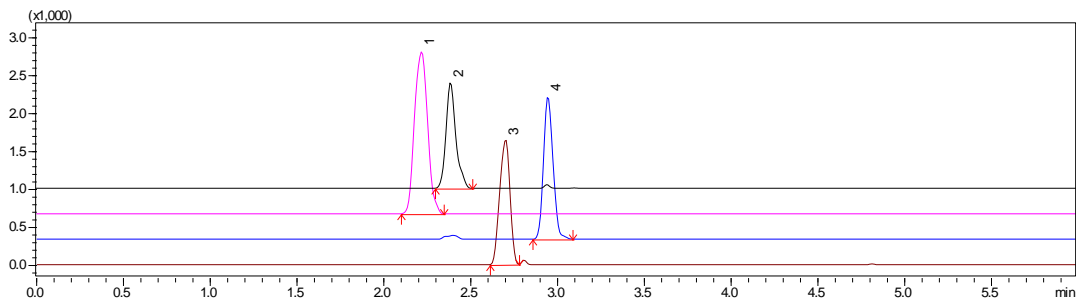


图 2 食醋样品提取、净化流程图

## 2. 结果及讨论

### 2.1 标准品的 MRM 色谱图



阿维菌素类药物标准品的 MRM 色谱图 (2.5 ng/mL)

(1. 埃普利诺菌素 2. 阿维菌素 3. 多拉菌素 4. 伊维菌素)

### 2.2 蜂蜜和食醋中阿维菌素类药物残留的 LC-MS/MS 检测添加回收结果

将蜂蜜和食醋空白样品分别进行 5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  浓度加标后, 按照上述前处理方法处理后上机, 平行 3 份样品考察回收率和 RSD, 具体结果如下: 蜂蜜 5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  加标浓度的平均回收率为 94.96%-113.90%, RSD 为 2.05%-7.93%; 食醋 5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  加标浓度的平均回收率为 83.45%-100.40%, RSD 为 1.70%-11.14%。

兽药	蜂蜜添加水平 (5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		食醋添加水平 (5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	
	平均回收率	RSD	平均回收率	RSD
	(%)	(%)	(%)	(%)
阿维菌素	94.96	2.05	95.54	11.14
埃普利诺菌素	113.90	7.93	91.18	6.97
伊维菌素	97.36	5.40	100.40	1.70
多拉菌素	112.72	4.96	83.45	9.55

## 3. 结论

综上, 本方案采用岛津的 SHIMSEN QuEChERS 产品对蜂蜜和食醋样品进行净化, Shim-pack GIST 色谱柱进行分离, 采用岛津串联质谱 LCMS-8050 检测分析, 建立了蜂蜜和食醋样品中阿维菌素类药物残留的检测方法, 该方法操作简单、分析速度快、重现性好, 适用于蜂蜜和食醋样品中阿维菌素类药物残留的测定。