

苹果中阿维菌素类药物残留的测定

SGLC-LC/MS-027

摘要：本应用参照国标 GB-23200-20-2016，并对其方法优化，建立了苹果中阿维菌素、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 InertSep Al-N 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 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 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，结果显示：5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标浓度的平均回收率为 76.87%-86.47%，RSD 为 4.46%-13.68%。该方法操作简单、回收率高，重现性好，适用于苹果样品中阿维菌素类药物残留的测定。

关键词：InertSep Al-N 阿维菌素 苹果 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 \times 2.1 mm, 2 μm (P/N: 227-30001-02)；

QuEChERS 提取盐试剂包 (P/N: 380-00148) ；

50 mL 陶瓷均质子 (P/N: 380-00171) ；

固相萃取小柱：InertSep Al-N 1 g/6 mL (P/N: 5010-61405) ；

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 \times 2.1 mm, 2 μm (P/N: 227-30001-02)

流 速：0.3 mL/min

进样量：5 μL

柱 温：40 $^{\circ}\text{C}$

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 样品提取

称取 10g 样品（精确到 0.01g），于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈，振摇混匀，加入 QuEChERS 提取盐试剂包（货号 380-00148：4g MgSO₄、1g 氯化钠、0.5g 柠檬酸氢二钠、1g 柠檬酸钠，50 根离心管 & 50 包试剂包/p）及陶瓷均质子 1 颗，盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min。6000r/min 下离心 2 min，取上清液于旋蒸瓶中，40 °C 减压蒸至 2~3mL，待净化，流程图见下图 1。

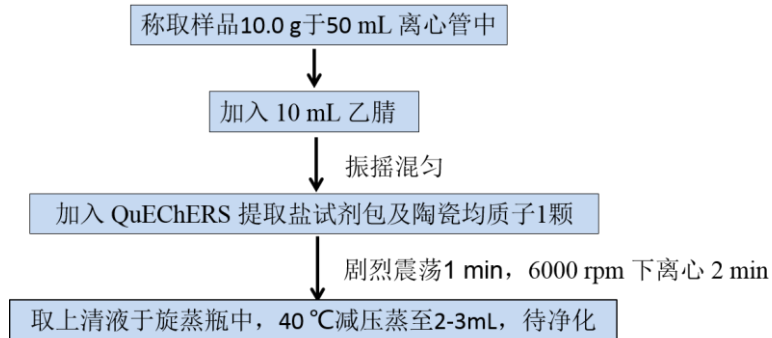


图 1 样品提取流程图

1.3.2 样品净化

InertSep Al-N 1 g/6 mL

5 mL 乙腈活化，弃去流出液；待净化液上样，收集流出液；5 mL70%乙腈水溶液分 2 次洗脱，收集流出液；合并所有流出液，加乙腈定至 10 mL，混匀，过 0.22 μm 微孔滤膜，供 LC-MS/MS 分析。流程图见下图 2。

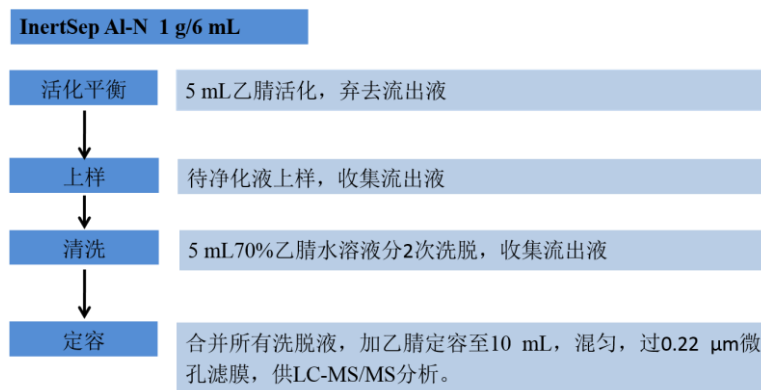
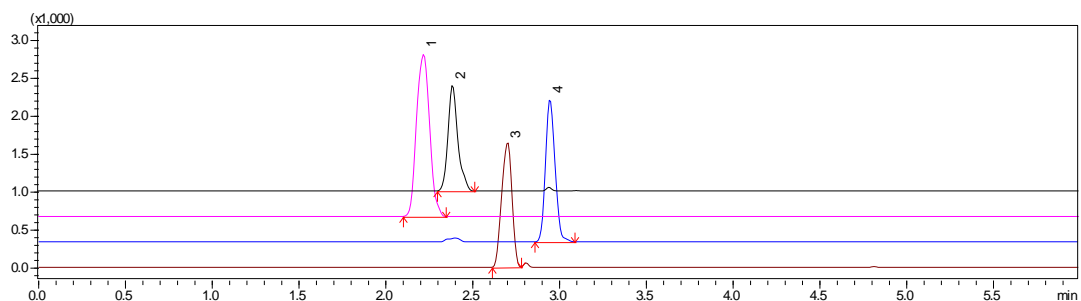


图 2 样品净化流程图

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 苹果中阿维菌素类药物残留的 LC-MS/MS 检测添加回收结果

将苹果空白样品分别进行 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：5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标浓度的平均回收率为 76.87%-86.47%，RSD 为 4.46%-13.68%。

药物	添加水平 (5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$)	
	平均回收率 (%)	RSD (%)
阿维菌素	76.87	8.20
埃普利诺菌素	78.71	4.46
伊维菌素	80.08	6.74
多拉菌素	86.47	13.68

3. 结论

综上，本方案采用岛津的 InertSep Al-N 产品对苹果样品进行净化，Shim-pack GIST 色谱柱进行分离，采用岛津串联质谱 LCMS-8050 检测分析，建立了苹果样品中阿维菌素类药物残留的检测方法，该方法操作简单、回收率高、重现性好，适用于苹果样品中阿维菌素类药物残留的测定。