

## 猪肉中 5 种 $\alpha_2$ -受体激动剂残留量的测定

SGL-LC/MS-034

**摘要：**本研究建立了猪肉中 5 个  $\alpha_2$ -受体激动剂残留量的测定方法。参照国标 GB 31660.6-2019，采用岛津的 SHIMSEN Styra MCX 产品对猪肉样品进行净化，Shim-pack GIST C18 色谱柱进行分离，岛津串联质谱 LCMS-8050 检测分析。对空白样品 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  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，0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  加标浓度的加标回收率为 69.63%-91.84%，RSD 为 2.67%-6.73%，回收率高，重现性好。该方法适用于猪肉中  $\alpha_2$ -受体激动剂残留量的测定。

**关键词：**SHIMSEN Styra MCX  $\alpha_2$ -受体激动剂 动物源性食品 LC-MSMS

### 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, 100 $\times$ 2.1 mm, 2  $\mu\text{m}$  (P/N: 227-30001-04)；

固相萃取小柱：SHIMSEN Styra MCX 60 mg/3 mL (P/N: 380-00853-01)；

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, 100 $\times$ 2.1 mm, 2  $\mu\text{m}$  (P/N: 227-30001-04)

流 速：0.3 mL/min

进样量：5  $\mu\text{L}$  (CO-injection, 15  $\mu\text{L}$  0.2% 甲酸水)

柱 温：30  $^{\circ}\text{C}$

流动相： A: 0.2%FA 水 B: 乙腈

梯度洗脱程序如下：

时间 (Min)	0	3	4	4.5	5.5	5.6	7.5
A (%)	90	70	70	20	20	90	90
B (%)	10	30	30	80	80	10	10

## 质谱条件

离子化模式：ESI，正离子扫描

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℃

DL 温度：250 ℃

加热模块温度：400 ℃

各化合物 MRM 参数见下表

序号	化合物	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias	CE	Q3 Pre Bias
1	可乐定	230.0	160.0	-10	-34	-29
		230.0	213.0	-12	-25	-20
2	安普乐定	245.0	174.1	-10	-27	-29
		245.0	209.1	-10	-23	-19
3	溴莫尼定	291.9	212.1	-11	-29	-21
		291.9	170.1	-11	-38	-15
4	赛拉嗪	221.1	90.1	-11	-23	-14
		221.1	164.1	-10	-25	-15
5	替扎尼定	254.0	44.1	-10	-27	-17
		254.0	210.0	-10	-27	-20

## 1.3 样品前处理

### 1.3.1 样品提取

取试料 2 g (准确至±20mg)，于 50 mL 离心管中，加碳酸钠缓冲液\*5 mL，振荡混匀，加乙酸乙酯 10 mL，充分振荡，于 8000 r/min 离心 5 min，取上清液于鸡心瓶中，下层溶液中加乙酸乙酯 10 mL 重复提取一次，合并两次上清液。于 40℃ 旋转蒸发至干，加初始流动相溶液 4.0 mL 溶解残余物，备用。

样品提取流程图见下图 1。

碳酸钠缓冲溶液\*：取无水碳酸钠 10.6 g，用水溶解并稀释至 100 mL，为 A 液；取碳酸氢钠 8.4 g，用水溶解并稀释至 100 mL，为 B 液。取 A 液 90 mL、B 液 10 mL，混匀，现用现配。

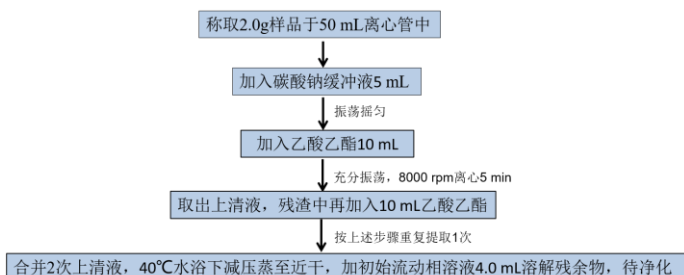


图 1 样品提取流程图

### 1.3.2 样品净化

#### SHIMSEN Styra MCX 60 mg/3 mL

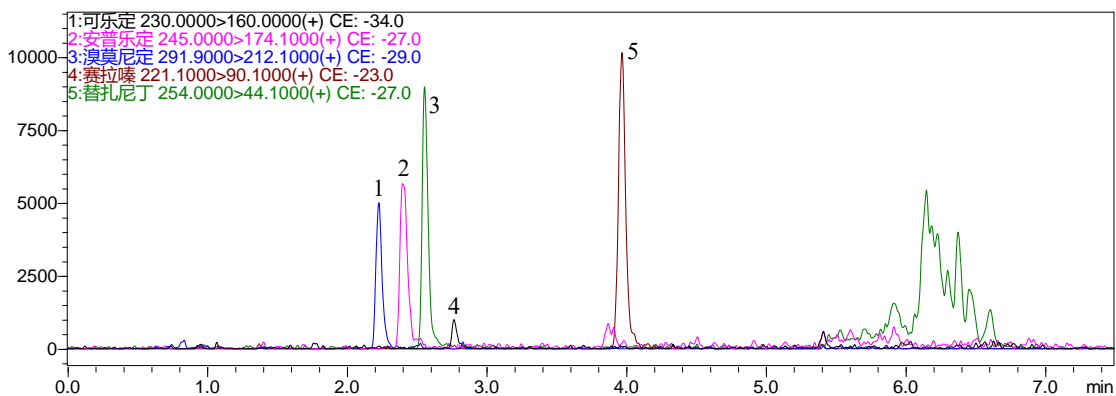
3 mL 甲醇、3 mL 水活化，弃去流出液；待净化液上样，弃去流出液；3 mL 水、3 mL 甲醇水清洗，弃去流出液；6 mL 5%氨水甲醇洗脱，收集流出液；用 5%氨水甲醇定容至 6 mL，混匀，供 LC-MS/MS 分析。净化流程图见图 2。



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



5 种  $\alpha_2$ -受体激动剂混合标准品的 MRM 色谱图 (0.167  $\mu\text{g/L}$ )

(1. 可乐定; 2. 安普乐定; 3. 溴莫尼定; 4. 赛拉嗪; 5. 替扎尼定)

### 2.2 猪肉中 5 种 $\alpha_2$ -受体激动剂的 LC-MS/MS 检测添加回收结果

将猪肉空白样品进行 0.5  $\mu\text{g/kg}$  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：0.5  $\mu\text{g/kg}$  加标浓度的加标回收率为 69.63%-91.84%，RSD 为 2.67%-6.73%。

序号	化目标物	添加水平 (0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	
		回收率 (%)	RSD(%)
1	可乐定	91.84	6.73
2	安普乐定	69.63	2.74
3	溴莫尼定	81.92	3.47
4	赛拉嗪	78.68	2.67
5	替扎尼定	87.72	3.30

### 3. 结论

本研究建立了猪肉中 5 个  $\alpha_2$ -受体激动剂残留量的测定方法。参照国标 GB 31660.6-2019，采用岛津的 SHIMSEN Styra MCX 产品对猪肉样品进行净化，Shim-pack GIST C18 色谱柱进行分离，岛津串联质谱 LCMS-8050 检测分析。对空白样品 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  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，0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  加标浓度的加标回收率为 69.63%-91.84%，RSD 为 2.67%-6.73%，回收率高，重现性好。该方法适用于猪肉中  $\alpha_2$ -受体激动剂残留量的测定。