

采用睿科 Fotector-06C 全自动固相萃取仪分析猪肉中的氯霉素

摘要

依据《GB/T 22338-2008 动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定》，建立基于 Fotector-06C 固相萃取分析猪肉中氯霉素，氟甲砜霉素的检测方法，试样用乙酸乙酯提取，使用 Fotector-06C 自动固相萃取系统和 CNW Si 硅胶柱进行固相萃取柱净化后，用液相色谱-质谱/质谱法测定和确证，内标/外表法定量。

简介

氯霉素 (chloramphenicol, chloromycetin) 是由委内瑞拉链霉菌产生的抗生素，曾经作为一种广谱抗菌药而广泛的被使用，但近年来因其严重的不良反应已经被许多国家禁用，其主要副作用是能抑制骨髓造血功能造成过敏反应，引起包括白细胞减少、红细胞减少、血小板减少等在内的再生障碍性贫血。此外该药还可引起肠道菌群失调及抑制抗体的形成。

多个国家的氯霉素残留限量为不得检出，我国的氯霉素标准方法中大都采用固相萃取的方法来净化样品以达到减少干扰，降低检测限的目的。Reeko 作为专业的全自动固相萃取，拥有雄厚的技术能力，利用 Fotector-06C 全自动固相萃取仪，根据《GB/T 22338-2008 动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定》建立氯霉素分析方法。

仪器与耗材

睿科 Fotector-06C 自动固相萃取系统，液质联用仪 Agilent 1260+Agilent 6410 ESI，氮气吹干装置。

CNW BOND Si 固相萃取柱 (500mg/6mL)。

正己烷、乙腈，丙酮，正丙醇均为 TEDIA 的色谱纯试剂。

氯霉素，氟甲砜霉素标准品 500 μ g/L，氯霉素-D5 100 μ g/L。

实验方法

称取匀浆好的样品 5g 于 50mL 离心管中，准确加入适量氯霉素标准样品并准确加入氯霉素-D5 100 μ L。加入 30mL 乙腈，均质 (14000r/min) 30 秒，离心 (5000r/min) 5 分钟。将乙腈层转入 150mL 分液漏斗中，残渣用 15mL 乙腈重复提取一次，合并上清液，加入 15mL 乙腈包和正己烷，震荡 5min，将乙腈层转移至上样瓶中，用氮气吹干，加入 5mL 10% 的丙酮/正己烷溶解残渣。

将 Si 硅胶固相萃取小柱安装在 Fotector 系统上，按照图 1 程序运行。洗脱液浓缩至近干，用 1mL 水定容，供 LC/MS 检测。

No.	操作命令	溶剂	流速 (ml/min)	体积 (ml)	时间 (min)	排出
1	活化	丙酮/正己烷1:9	5.0	5	1.5	废液1
2	上样		1.0	5	5.5	废液1
3	清洗样品瓶	丙酮/正己烷1:9	70.0	5	6.1	废液1
4	洗脱	丙酮/正己烷4:6	1.0	5	5.5	收集试管
5	气推		10.0	10	1.0	收集试管
6	浓缩样品				10.0	
7	结束				29.6	

图 1 Fotector-06C 固相萃取程序

实验结果与讨论

1. 氯霉素标准品的 MRM 图谱 (图 2)。

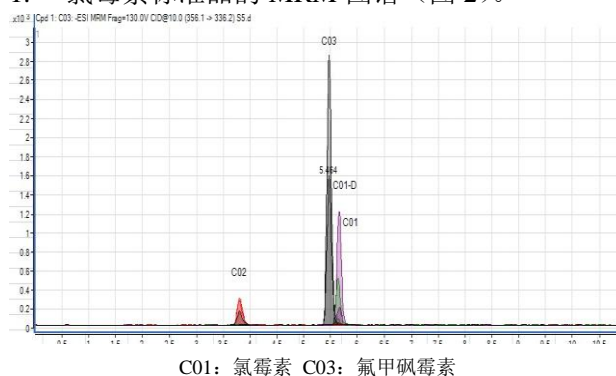


图 2 氯霉素标准品(5 μ g/L)的 MRM 图谱

2. 在 1 μ g/kg 的加标水平下样品经过前处理提取，萃取后，用 Fotector-06C 净化，结果如表 1 所示，氯霉素的回收率在 84.5~91.0% 之间，RSD=2.7 (n=4)，经内标校正后的氯霉素回收率在 104~108% 之间，RSD=1.8% (n=4)；氟甲砜霉素的回收率为 60~70% 之间，RSD=4.3% (n=4)。

表 1 加标回收 (%)

化合物	R1	R2	R3	R4	Avg	RSD
氯霉素	86.6	87.8	84.5	91.0	87.5	2.7
氯霉素 (内标校正)	107.3	107.2	108.1	104.1	106.7	1.8
氟甲砜霉素	63.8	60.8	62.5	70.7	64.5	4.3

3. Fotector-06C 能够自动的完成整个固相萃取流程，从活化到上样，清洗样品瓶，洗脱，浓缩一步到位，省时省事；

4. Fotector-06C 采用全自动操作，固相萃取过程中可以排除操作带来的误差，能够获得手动固相萃取无法达到的 RSD 水平。

结论

利用睿科 Fotector-06C 全自动固相萃取仪能够很好的重现《GB/T 22338-2008 动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定》，氯霉素的回收率在 84.5~91.0%之间，RSD=2.7% (n=4)，经内标校正后的氯霉素回收率在 104~108%之间，RSD=1.8% (n=4)，符合质量控制的要求。