

不同内标下的液相色谱—串联质谱法测定猪肉中的瘦肉精

易楠

辽宁省鞍山市检验检测认证中心 辽宁省 鞍山市 114001

摘要: 盐酸克伦特罗、沙丁胺醇、莱克多巴胺是猪肉中主要监测的三种“瘦肉精”类添加物。以往实验中,用沙丁胺醇 D—3 作为莱克多巴胺的内标,标准曲线 r 在 0.995 左右,线性拟合情况不甚满意。本次实验用甲醇中盐酸胍带莱克多巴胺—D3 作为莱克多巴胺的内标,标准曲线 r 达到 0.999 以上,线性拟合更好。

关键词: 瘦肉精; 同位素内标; 液质串联使用; 莱克多巴胺 D3

1 引言

瘦肉精是一类药物的统称,任何能够抑制动物脂肪生成,促进瘦肉生长的物质都可以称为“瘦肉精”。能够实现此类功能的物质主要是一类叫做 β -受体激动剂(也称 β -兴奋剂)的药物,其中较常见的有盐酸克伦特罗、沙丁胺醇、莱克多巴胺、硫酸沙丁胺醇、盐酸多巴胺、西马特罗和硫酸特布他林等。 β -受体激动剂在减少动物肌肉脂肪组织的同时,可增加肌肉蛋白含量,而且饲喂了此类物质的动物,其肉类更容易吸引消费者的眼球。但是,此类物质会在动物组织中残留,尤以肝脏等内脏器官残留较高,人类消费后可出现肌肉震颤、心慌、战栗、头疼、恶心、呕吐等症状,尤其对高血压、心脏病、青光眼、糖尿病、甲状腺机能亢进和前列腺肥大等疾病患者危害更大,严重的可导致死亡。2021年3月19日,农业农村部办公厅印发《关于开展“瘦肉精”专项整治行动的通知》,部署在全国范围开展为期三个月的“瘦肉精”专项整治行动,严厉打击违禁使用“瘦肉精”行为。

2 材料与方

2.1 仪器

Agilent1260-6460 型液相-质谱联用仪, AJS ESI 离子源

2.2 材料与试剂

去离子水; 甲酸(HPLC 色谱级,天津市科密欧化学试剂有限公司); 甲醇(HPLC 色谱级, Tedia 公司); 0.22 μ m 尼龙滤膜。对照品: 盐酸克伦特罗(BePure 公司, 批号: E0025066);

沙丁胺醇(BePure 公司, 批号: D0016976);

莱克多巴胺(WITEGA 公司, 批号: 160628)。

内标物: 克伦特罗 D9(BePure 公司, 批号: C0006658);

莱克多巴胺 D3(BePure 公司, 批号: E0026834);

沙丁胺醇 D3(BePure 公司, 批号: C0005261)。

2.3 标准溶液制备

外标储备液: 各称取沙丁胺醇、莱克多巴胺盐酸盐、克伦特罗盐酸盐 1mg(按纯度折算后), 入 10mL 棕色瓶中,

甲醇定容, 涡旋混匀。

内标储备液: 各称取克伦特罗 D9、沙丁胺醇 D3、莱克多巴胺 D3(按纯度折算后) 1mg, 入 10mL 棕色瓶中, 甲醇定容, 涡旋混匀。

外标中间液: 每种外标储备液取 10 μ L, 加水 970 μ L, 涡旋混匀。内标中间液: 每种内标储备液取 10 μ L, 加水 970 μ L, 涡旋混匀。

标准曲线配制方式见表 1。

表 1 标准曲线配制

标曲最终外标浓度 ng/mL	5	10	20	40	60	80
移取外标中间液 μ L	5	10	20	40	60	80
移取内标中间液 μ L	100	100	100	100	100	100
加水 μ L	895	890	880	860	840	820

2.4 液相参数

色谱柱: RRHD Eclipse PLUS C18, 2.1 \times 50 mm, 5 μ m
柱温: 50 进样量: 2 μ L 流速: 0.35mL/min
流动相 A: 甲醇 流动相 B: 0.1% 甲酸水溶液
梯度洗脱程序如表 2 所示。

表 2 流动相梯度组成

时间, min	A: 甲醇, %	B: 0.1% 甲酸水
0.50	5	95
3.50	25	75
4.50	90	10
6.50	90	10
6.51	10	90

2.5 质谱参数

电离电压: 干燥气温度: 300 雾化器压力: 25psi
干燥气流速: 8L/min 鞘气流速: 300 气流速: 11L/min
毛细管电压: 4000V 喷嘴电压: 500V 多反应检测(MRM) 正离子扫描质谱条件如表 3 所示。

表 3 质谱条件

Compound Name	Precursor Ion	Product Ion	Dwell	Fragmentor	Collision Energy
盐酸克伦特罗	277	259	50	100	5
		203	50	100	12
克伦特罗—D9	286	204	20	100	5
沙丁胺醇	240	222	50	100	5
		148	50	100	15
沙丁胺醇—D3	243	151	50	100	5
莱克多巴胺	302	284	50	110	6
		164	50	110	12
莱克多巴胺—D3	305	167	50	112	15

3 结果与分析

3.1 标准曲线与线性

分别以 6 个浓度水平的混合标准溶液注入 Agilent1260-6460 型液相 - 质谱联用仪, 观察到 5-80 ng/mL 范围内峰面积比值 y 与相对浓度 x 间线性关系良好。盐酸克伦特罗 (内标为克伦特罗 D9) $y = 5.060672x - 0.034649$ 相关系数 $r = 0.9999$ 沙丁胺醇 (内标为沙丁胺醇 D3) $y = 5.230191x - 0.061177$ 相关系数 $r = 0.9999$ 莱克多巴胺 (内标为沙丁胺醇 D3) $y = 2.329448x - 0.098786$ 相关系数 $r = 0.9954$ 莱克多巴胺 (内标为莱克多巴胺 D3) $y = 1.489451x - 0.018255$ 相关系数 $r = 0.9999$

3.2 结语

用沙丁胺醇 D—3 作为莱克多巴胺的内标, 标准曲线 r 在 0.995 左右, 线性拟合情况不甚满意。用甲醇中盐酸氘带莱克多巴胺—D3 作为莱克多巴胺的内标, 标准曲线 r 达到 0.999 以上, 线性拟合更好。

参考文献:

[1] GB/T 22286-2008: 动物源性食品中多种 受体激动剂残留量的测定 液相色谱串联质谱法。

[2] 甘盛, 施晓光, 吴超权. 探索用液质串联联用法测定牛肉中的瘦肉精 [J]. 食品科技, 2012, 37 (3): 291-296

[3] 铂金埃尔默仪器 (上海) 有限公司. 利用液相色谱—质谱联用法同时测定饲料中沙丁胺醇、莱克多巴胺和盐酸克伦特罗 [J]. 食品安全导刊, 2011, 5: 42-43

作者简介:

易楠, 1990 年 4 月 25 日, 汉族, 女, 辽宁省鞍山市, 鞍山市检验检测认证中心, 检验员, 中级工程师, 本科, 114001, 845208250@qq.com 食品工程技术。

