

液相色谱-串联质谱法检测饲料中 26 种 β_2 -受体激动剂类药物残留

刘 佳, 梁桂荣, 李少晖, 谢云峰, 任丹丹, 杨永坛*

(中粮营养健康研究院, 北京市营养健康与食品安全重点实验室, 北京 102209)

摘要: **目的** 建立一种饲料中 26 种 β_2 -受体激动剂兽药残留的液相色谱-串联质谱(HPLC-MS/MS)检测方法。**方法** 样品经盐酸甲醇提取液提取, 醋酸铅沉淀蛋白后, 过混合阳离子(MCX)固相萃取柱净化。采用 0.1%甲酸(A)和 0.1%甲酸-乙腈(B)作为流动相进行梯度洗脱, 质谱(ESI+)采用多离子检测模式(MRM)对 β_2 -受体激动剂的定量离子和定性离子进行监测。**结果** 本方法在 15 min 内完成 26 种目标化合物的分离分析。26 种 β_2 -受体激动剂在 20、50 和 100 $\mu\text{g/L}$ 添加水平的回收率为 71.9%~102.9%, 相对标准偏差小于 11.8% ($n=6$), 方法定量限为 10 $\mu\text{g/kg}$ 。**结论** 该方法快速、准确、灵敏, 适合测定饲料中的 β_2 -受体激动剂类药物残留。**关键词:** β_2 -受体激动剂; 液相色谱-串联质谱法; 饲料; 残留

Simultaneous determination of 26 β_2 -agonist residues in feed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry

LIU Jia, LIANG Gui-Rong, LI Shao-Hui, XIE Yun-Feng, REN Dan-Dan, YANG Yong-Tan*

(Beijing Key Laboratory of Nutrition Health and Food Safety, COFCO Nutrition and Health Research Institute, Beijing 102209, China)

ABSTRACT: Objective To determination of 26 β_2 -agonist residues in feed samples by liquid chromatography-tandem mass spectrometric (LC-MS/MS). **Methods** Feed samples were extracted with muriatic acid and methanol solution. And then the β_2 -agonist residues in the extracts were separated on a reversed phase using a gradient elution program of 0.1% formic acid aqueous solution (A) and 0.1% formic acid in acetonitrile solution (B). Using LC-MS/MS (ESI+) with multiple reactions monitoring (MRM), identification of the major components of the 26 kinds of β_2 -agonist residues was performed based upon the intensities of fragments. **Results** The recoveries were ranged from 71.9% to 102.9% for the 26 kinds of β_2 -agonist residues with 3 spiked levels of 20, 50 and 100 $\mu\text{g/kg}$. The relative standard deviations (RSDs) were less than 11.8% ($n=6$), and the limits of quantitation (LOQ) for the 26 kinds of β_2 -agonists were 10 $\mu\text{g/kg}$. **Conclusion** The proposed method is fast, accurate and sensitive, which is suitable for detecting β_2 -agonist residues in feed samples. **KEY WORDS:** β_2 -Agonist; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; feed; residues

基金项目: 中粮集团公司资助项目(2012-C2-F012)

Fund: Supported by the Fundamental Research Project of COFCO Corporation (2012-C2-F012)

*通讯作者: 杨永坛, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: yangyongtan@cofco.com

*Corresponding author: YANG Yong-Tan, Senior Engineer, Food Quality & Safety Center, COFCO Nutrition & Health Research Institute, No.4 Road, Future Science and Technology Park South, Beiqijia, Changping, Beijing 102209, China. E-mail: yangyongtan@cofco.com.

1 引言

β_2 -兴奋剂临床上主要用于治疗哮喘、支气管痉挛等。此类物质可以增加蛋白质合成、增强体脂分解、显著提高胴体的瘦肉率、增重和饲料转化率,因此曾被用作牛、羊、禽、猪等畜禽的促生长剂,俗称“瘦肉精”^[1-3]。现代医学实验已证明其残留会严重影响到人类健康,如果长期食用含有 β_2 -兴奋剂残留的猪肉还会增加致癌、致畸的风险^[4-9]。

我国农业部于2010年在1519号公告中明确指出禁止在饲料中使用氯丙那林、齐帕特罗一系列新型的 β -受体激动剂,目前我国禁止使用任何类型的 β_2 -兴奋剂。目前对饲料的检测方法主要是酶联免疫法^[10,11]和仪器方法^[12-14],酶联免疫法作为快速检测可以用于前期筛查,无法作为确证方法,而目前已经报道的方法仅能检测饲料中20种 β -受体激动剂^[15],缺少对部分新型 β_2 -受体激动剂的检测,无法涵盖市面上现有的 β_2 -受体激动剂。

建立高通量的饲料中 β_2 -受体激动剂检测方法可以从源头有效控制 β_2 -受体激动剂的使用,减少因 β_2 -受体激动剂残留带来的食品安全问题。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

LCMS-8040 液相色谱-串联质谱仪(日本岛津公司);氮吹仪(日本Eyela公司);离心机(美国贝克曼公司)。

30种 β_2 -激动剂类药物对照品:齐帕特罗(Zilpaterol)、异丙肾上腺素(Isoprenaline)、特布他林(Terbutaline)、沙丁胺醇-D₃(Salbutamol-D₃)、沙丁胺醇(Salbutamol)、西马特罗(Cimaterol)、西布特罗(CIMBUTEROL)、菲诺特罗(Fenoterol)、莱克多巴胺(Ractopamine)、莱克多巴胺-D₃(Ractopamine-D₃)、克伦塞罗(Clencyclohexerol)、羟甲基克伦特罗(Hydrmmethyl-Clenbuterol)、克伦潘特罗(Clenpenterol)、羟苄羟麻黄碱(Ritodrine)、溴代克伦特罗(Bromchlorbuterol)、克伦普罗(Clenproperol)、氯丙那林(Clorprenaline)、妥布特罗(Tulobuterol)、福莫特罗(Formoterol)、克伦特罗-D₉(Clenbuterol-D₉)、克伦特罗(Clenbuterol)、溴布特罗(Bromobuterol)、班布特罗(Bambuterol)、马布特罗(Mabuterol)、马喷特罗

(Mapenterol)、苯乙醇胺A(phenylethanolamine A)、苯氧丙酚胺(Isoxsuprine)、喷布特罗(PENBUTOLOL SULFATE)、沙美特罗(Salmeterol)、苯乙醇胺A-D₃(phenylethanolamine A-D₃),纯度97.0%,全部采购于德国DRE公司。

乙腈、甲醇、甲酸(色谱纯, Fisher公司);氨水、盐酸、醋酸铅(分析纯, 国药集团);MCX混合阳离子固相萃取柱(3 mL, 60 mg, Waters公司);0.22 μ m水系滤膜(天津津滕公司);实验室用水为Milli-Q超纯水。

2.2 试验方法

2.2.1 溶液配制

β_2 -激动剂标准溶液配制:分别准确称取10 mg的26种 β_2 -激动剂类药物对照品及沙丁胺醇-D₃、苯乙醇胺A-D₃、克伦特罗-D₉、莱克多巴胺-D₃4种内标到10 mL的容量瓶中,用甲醇配成30份浓度各约为1000 mg/L标准贮备液,-20 $^{\circ}$ C保存。量取26种 β_2 -受体激动剂贮备液,置棕色容量瓶中,用乙腈稀释成浓度为10 mg/L工作液,再用0.1%甲酸-0.1%甲酸乙腈(92:8, v:v)稀释成浓度为100 μ g/L的对照工作液,4种内标用同样方法配成100 μ g/L的对照工作液。

盐酸-甲醇提取液:取0.1 mol/L盐酸80 mL,加入甲醇20 mL混匀。

饱和醋酸铅溶液:在50 mL水中加入一定量的醋酸铅,超声5 min,直至固体不再溶解。

5%氨水甲醇:取5 mL氨水与95 mL甲醇混合。

0.2%甲酸水溶液:取0.2 mL甲酸于100 mL容量瓶中,定容至100 mL。

2.2.2 样品前处理

①采样和试样制备

抽取有代表性的样品,用四分法缩减取200 g,粉碎后过0.4 mm孔径的分析筛,混匀,装入自封袋中,避光,备用。

②提取

称取2 g(精确至0.01 g)粉碎的饲料于50 mL离心管中,准确加入19 mL盐酸甲醇提取液和1 mL饱和醋酸铅溶液,充分振荡20 min,7000 r/min离心,10 min,取上清液备用。

③净化

MCX固相萃取小柱先用3 mL甲醇,3 mL水活化。取上清液5 mL过柱,用3 mL水和3 mL甲醇淋洗,彻底抽干,用5%氨水甲醇溶液5 mL洗脱,收集

洗脱液,氮吹(50 °C)至干,用0.5 mL的0.2%甲酸水溶液溶解,过0.22 μm 滤膜。

2.2.3 液相色谱-串联质谱条件

(1) 液相色谱条件

安捷伦 ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱(2.1 mm \times 100 mm, 2.7 μm), 流动相: 0.1%甲酸(A)-0.1%甲酸乙腈(B), 流速: 0.2 mL/min, 进样体积: 5 μL , 柱温: 30 °C。液相色谱梯度洗脱程序: 0~8.0 min, 8%~30% B; 8.0~10.0 min, 30%~60% B; 10.0~12.0 min, 60%~95% B; 12.0~13.0 min, 95% B; 13.0~13.1 min, 95%~8% B; 13.1~15.0 min, 8% B。

(2) 质谱条件

离子源: 电喷雾电离 ESI(+), 离子源接口电压: 3.5 kV, 雾化气: 氮气 3.0 L/min 及干燥气: 20 L/min
碰撞气: 氩气。脱溶剂管温度: 250 °C, 加热模块

温度: 450 °C, 检测器电压: 1.1 kV; 扫描模式: 多反应监测模式。

3 结果与讨论

3.1 质谱条件优化

分别将26种 β_2 -受体激动剂化合物及4种内标的标准溶液配制成200 $\mu\text{g/L}$ 浓度的标准溶液,不接色谱柱,使用两通连接液相色谱与质谱,首先在正离子模式下进行全扫描,确定化合物的分子离子,将分子离子作为母离子,给予一定的碰撞能量和碰撞气体,全扫描二级离子,选取丰度较强、干扰较小的两个子离子分别作为定性及定量离子,并优化母离子电压和碰撞电压,26种 β_2 -激动剂类化合物及4种内标质谱参数优化结果见表1。

表1 β_2 -受体激动剂药物质谱参数
Table 1 Parameters of MS for determination of β_2 -agonists

编号	化合物	前体离子 (m/z)	子离子 (m/z)	驻留时间 (ms)	母离子 电压(V)	碰撞电压 (V)	子离子电压 (V)	内标物
1	齐帕特罗(Zilpaterol)	262.0	244.2*	15	-27	-12	-25	2
		262.0	185.2	15	-27	-23	-18	
2	异丙肾上腺素 (Isoprenaline)	212.1	194.1*	15	-10	-9	-20	2
		212.1	152.0	15	-10	-15	-27	
3	特布他林 (Terbutaline)	226.0	152.2*	15	-23	-15	-29	2
		226.0	107.2	15	-23	-30	-18	
4	沙丁胺醇 (Salbutamol)	240.0	148.2*	15	-25	-18	-28	2
		240.0	222.2	15	-25	-9	-22	
5	西马特罗 (Cimaterol)	219.8	202.2*	15	-23	-9	-20	3
		219.8	160.2	15	-23	-14	-30	
6	西布特罗 (CIBUTEROL)	234.0	160.2*	15	-25	-13	-30	3
		234.0	143.1	15	-25	-24	-26	
7	菲诺特罗 (Fenoterol)	304.0	107.1*	15	-11	-29	-19	1
		304.0	135.1	15	-11	-18	-24	
8	莱克多巴胺 (Ractopamine)	302.0	164.2*	15	-30	-16	-30	1
		302.0	107.1	15	-30	-32	-18	
9	克伦塞罗 (Clencyclohexerol)	318.7	301.1*	15	-15	-15	-15	1
		318.7	203.0	15	-15	-15	-15	
10	羟甲基克伦特罗 (Hydrmmethyl-Clenbuterol)	294.7	205.0*	15	-10	-17	-21	2
		294.7	277.1	15	-10	-11	-29	
11	克伦潘特罗 (Clenpenterol)	292.7	275.1*	15	-10	-11	-29	2
		292.7	205.1	15	-10	-16	-21	

续表 1

编号	化合物	前体离子 (<i>m/z</i>)	子离子 (<i>m/z</i>)	驻留时间 (ms)	母离子 电压(V)	碰撞电压 (V)	子离子电压 (V)	内标物
12	羟苄羟麻黄碱 (Ritodrine)	287.8	121.1*	15	-30	-23	-21	1
		287.8	150.1	15	-30	-18	-28	
13	溴代克伦特罗 (Bromchlorbuterol)	323.2	249.0*	13	-23	-18	-26	3
		323.2	305.1	13	-23	-12	-20	
14	克伦普罗 (Clenproperol)	262.9	245.1*	15	-27	-9	-25	1
		262.9	132.2	15	-27	-24	-24	
15	氯丙那林 (Clorprenaline)	213.8	154.1*	15	-22	-15	-28	1
		213.8	119.2	15	-22	-26	-21	
16	妥布特罗 (Tulobuterol)	227.7	154.1*	15	-24	-16	-28	1
		227.7	119.1	15	-24	-28	-21	
17	福莫特罗 (Formoterol)	345.2	149.1*	15	-12	-18	-30	1
		345.2	121.0	15	-12	-35	-21	
18	克伦特罗 (Clenbuterol)	276.9	203.1*	15	-29	-15	-20	3
		276.9	259.2	15	-29	-10	-17	
19	溴布特罗 (Bromobuterol)	366.9	292.9*	15	-17	-19	-30	1
		366.9	349.0	15	-17	-13	-24	
20	班布特罗 (Bambuterol)	368.1	294.2*	15	-17	-20	-30	3
		368.1	72.2	15	-17	-35	-27	
21	马布特罗 (Mabuterol)	310.8	237.1*	15	-30	-16	-24	1
		310.8	217.1	15	-30	-25	-21	
22	马喷特罗 (Mapenterol)	324.8	237.1*	15	-26	-17	-24	1
		324.8	217.1	15	-26	-26	-22	
23	苯乙醇胺 A (Phenyethanolamine A)	344.8	327.2*	15	-16	-14	-21	4
		344.8	150.2	15	-16	-23	-27	
24	苯氧丙酚胺 (Isoxsuprine)	302.0	284.2*	15	-30	-14	-30	1
		302.0	150.15	15	-30	-23	-28	
25	喷布特罗 (Penbutolol sulfate)	292.0	236.2*	15	-30	-16	-24	1
		292.0	133.1	15	-30	-24	-23	
26	沙美特罗 (Salmeterol)	416.0	398.3*	15	-19	-14	-27	4
		416.0	91.1	15	-19	-45	-15	
27	莱克多巴胺-D ₃ (Ractopamine D ₃)	305.1	167.2*	15	-30	-16	-16	内标物 1
		305.1	107.1	15	-30	-35	-18	
28	沙丁胺醇-D ₃ (Salbutamol D ₃)	243.2	151.2*	15	-29	-17	-27	内标物 2
		243.2	225.3	15	-29	-9	-23	
29	克伦特罗-D ₉ (Clenbuterol-D ₉)	285.8	204.1*	15	-13	-16	-21	内标物 3
		285.8	268.2	15	-13	-11	-28	
30	苯乙醇胺 A-D ₃ (Phenyethanolamine A-D ₃)	348.2	330.2*	15	-12	-13	-22	内标物 4
		348.2	153.1	15	-12	-24	-26	

注: *为定量离子

3.2 前处理条件优化

3.2.1 提取条件优化

①盐酸甲醇溶液比例的优化

甲醇作为提取剂可使饲料中的蛋白变性,有效沉淀饲料中的蛋白,降低对分析物的干扰。加入盐酸,可降低提取液 pH 值,使体系中的化合物处于离子状态,进入到盐酸甲醇提取液中,从而将化合物充分提取,经过优化后采用 0.1 mol/L 盐酸:甲醇(80:20)作为提取液。

②饱和醋酸铅用量的优化

加入醋酸铅使蛋白变性,重金属铅使得蛋白质的空间结构改变,活性丧失,溶解度下降而析出,但过高浓度的醋酸铅可能会造成提取效率降低。比较加入 0.5、1、2、5 mL 醋酸铅后回收率的变化,发现加入 1 mL 饱和醋酸铅时,26 种化合物的提取效率最高,且有效节省化学试剂,因此采用 19 mL 盐酸甲醇提取液和 1 mL 饱和醋酸铅溶液作为提取溶液体系。

3.2.2 净化条件优化

样品经过优化的提取条件提取后,选用 MCX 固相萃取小柱对目标物进行净化,MCX 柱填料克服传统硅胶基质混合型固相萃取吸附剂的局限性,提供了离子交换和反相双重保留模式,而且保留作用发生在一种洁净、稳定、高表面积、在 pH 0~14 范围内稳定的有机共聚物上,对碱性化合物具有高的选择

性和灵敏度。比较水、0.1%甲酸水、0.2%甲酸水三种上层有机相吹干后的复溶液体,发现用 0.2%甲酸水复溶回收率最好,因为各物质的 pKa 值相差较大,在不同的 pH 值下存在的状态不同,从而影响到目标化合物在 MCX 柱上的吸附。

3.3 方法的线性范围及定量限

称取 5 份空白饲料,按照优化后的前处理方法处理,用 2、5、10、20 和 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的标准溶液复溶,线性方程及相关系数见表 2。以信噪比为 10($S/N=10$)计算定量限(LOQ),方法的定量限在 5~10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的范围,饲料中违法使用 β_2 -受体激动剂化合物达到一定浓度才会有作用,因此 26 种 β_2 -受体激动剂的定量限统一确定为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$,详见表 2。

3.4 回收率及精密度实验

以空白饲料为样品,在 20、50 和 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 三个水平下进行加标回收实验,上机浓度稀释 5 倍,上机浓度分别为 4、10 和 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。26 种 β_2 -受体激动剂在三个添加水平的回收率为 71.9%~102.9%,偏差小于 11.8%($n=6$),方法定量限为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$,目前国际标准的方法检出限为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。回收率及精密度均满足 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范食品理化检测》样品含量<0.100 mg/kg 时,回收率在 60%~120% 之间的要求。具体结果见表 2

表 2 饲料中 26 种 β_2 -受体激动剂的回收率、精密度、保留时间、标准曲线、线性相关系数及定量限($n=6$)

Table 2 Results of recovery and repeatability, retention time, standard curve, linear correlation coefficient and LQD of 26 kinds of β_2 -agonists residues in pork liver ($n=6$)

编号	名称	添加 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$		添加 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$		添加 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$		保留时间 (min)	标准曲线	相关系数	定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
		回收率 (%)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)				
1	齐帕特罗(Zilpaterol)	86.7	4.2	87.9	11.8	90.5	3.8	1.32	$Y=0.1980X-0.0088$	0.996	10
2	异丙肾上腺素 (Isoprenaline)	76.5	0.3	78.9	6.5	78.6	3.0	2.77	$Y=0.410X+0.210$	0.998	10
3	特布他林(Terbutaline)	92.1	5.4	89.5	2.3	74.1	2.2	3.25	$Y=0.4980X+0.0042$	0.999	10
4	沙丁胺醇(Salbutamol)	78.9	1.9	71.9	5.0	87.3	4.8	2.53	$Y=1.5210X+0.0411$	0.999	10
5	西马特罗(Cimaterol)	83.4	1.2	77.8	6.6	74.1	4.5	3.48	$Y=0.7102X-0.0101$	0.994	10
6	西布特罗(Cimbuterol)	89.9	7.2	78.9	5.7	83.7	8.6	4.48	$Y=1.5102X-0.0112$	0.995	10
7	菲诺特罗(Fenoterol)	78.9	5.2	88.6	3.6	84.0	1.8	4.81	$Y=0.0210X+0.00800$	0.999	10
8	莱克多巴胺 (Ractopamine)	83.1	3.5	85.4	3.8	85.2	6.5	5.09	$Y=1.3820X+0.0323$	0.999	10

续表 2

编号	名称	添加 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$		添加 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$		添加 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$		保留时间 (min)	标准曲线	相关系数	定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
		回收率 (%)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)				
9	克伦塞罗 (ClencYcloheXerol)	84.3	0.7	85.4	2.6	81.3	0.6	5.23	$Y=0.3102X+0.0191$	0.999	10
10	羟甲基克伦特罗 (HYdrmmethYl-Clenbuterol)	84.7	0.6	86.3	1.3	83.0	0.7	5.28	$Y=-9.05X+0.710$	0.998	10
11	克伦潘特罗 (Clenpenterol)	92.3	0.1	99.6	6.4	84.5	1.4	5.93	$Y=0.520X+0.321$	0.996	10
12	羟苄羟麻黄碱(Ritodrine)	92.6	1.5	94.2	3.3	100.4	8.9	6.25	$Y=1.001X+0.0201$	0.998	10
13	溴代克伦特罗 (Bromchlorbuterol)	102.9	9.3	99.3	4.5	94.5	5.5	6.26	$Y=0.102X+0.0151$	0.999	10
14	克伦普罗(Clenproperol)	85.6	3.7	83.5	5.5	93.4	1.2	6.62	$Y=1.302X+0.0288$	0.998	10
15	氯丙那林(Clorprenaline)	88.0	4.6	67.8	9.5	86.6	6.9	6.83	$Y=0.231X+-0.136$	0.996	10
16	妥布特罗(Tulobuterol)	83.0	6.6	85.6	1.5	77.1	6.0	7.12	$Y=0.7102X-0.0009$	0.999	10
17	福莫特罗(Formoterol)	79.8	4.3	79.5	10.5	86.4	1.1	7.73	$Y=0.0291X+15.0$	0.998	10
18	克伦特罗(Clenbuterol)	79.3	5.6	85.3	1.5	79.1	2.4	7.11	$Y=2.093X+0.1298$	0.999	10
19	溴布特罗(Bromobuterol)	99.5	9.0	95.8	1.4	85.8	9.3	8.65	$Y=0.5989X+0.0295$	0.999	10
20	班布特罗(Bambuterol)	83.2	3.2	89.6	5.7	89.9	1.7	8.89	$Y=2.9398X+0.0790$	0.997	10
21	马布特罗(Mabuterol)	94.2	5.1	91.9	2.4	82.7	1.9	9.07	$Y=1.3898X-0.0131$	0.998	10
22	马喷特伦(Mapenterol)	79.5	3.8	79.5	4.6	93.3	1.9	9.23	$Y=3.0005X+0.2877$	0.995	10
23	苯乙醇胺 A(PhenYiethanolamine A)	93.1	0.6	89.7	2.2	86.2	2.7	10.52	$Y=1.18X+0.498$	0.999	10
24	苯氧丙酚胺(IsoXsuprine)	92.9	5.6	84.6	7.5	90.8	2.6	10.85	$Y=1.9001X-0.1055$	0.997	10
25	喷布特罗 (Penbutolol sulfate)	94.2	5.0	95.4	3.1	78.4	6.0	11.21	$Y=0.1023X+0.0701$	0.997	10
26	沙美特罗(Salmeterol)	82.8	8.4	81.5	6.5	83.7	4.2	11.31	$Y=0.4998X-0.0349$	0.996	10

注: 定量限为检出限的 3.3 倍左右

3.5 实际样品测定

用本方法对江苏、湖北两个养殖场的 10 份猪饲料样品进行检测, 没有发现阳性样品。

4 结论

通过优化提取溶液体系, 有效提高饲料基质中 26 种 β_2 -受体激动剂药物残留的回收率, 通过固相萃取净化, 建立了回收率高、稳定性强的饲料中 26 种 β_2 -受体激动剂药物的分析方法, 实现多种 β_2 -受体激动剂药物残留的同时分析检测。 β_2 -受体激动剂药物

残留检测的前处理主要是混合阳离子柱固相萃取方法, 该方法前处理过程较慢, 面临大规模样品时, 会影响效率下一步可开发快速前处理方法, 从而缩短前处理时间, 提高检测效率。

参考文献

- [1] 王培龙. β -受体激动剂及其检测技术研究[J]. 农产品质量与安全, 2014, (1): 44-52.
Wang PL. Study on-agonist and its testing technologies [J]. Qual Saf Agro-Product, 2014, (1): 44-52.
- [2] 丁焕中, 陈杖榴, 杨志凌. 营养重分配剂莱克多巴胺的药理作

- 用和应用[J]. 兽药与饲料添加剂, 2002, (7): 18-20.
- Ding HZ, Chen ZL, Yang ZL. Pharmacological effects and application of nutrition redistribution agent ractopamine [J]. Vet Pharm Feed Addit, 2002, (7): 18-20.
- [3] 刘佳, 梁桂荣, 谢云峰, 等. 液相色谱-串联质谱法检测猪尿中 26 种 β_2 -受体激动剂类药物残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, (9): 2757-2764.
- Liu J, Liang GR, Xie YF, *et al.* Simultaneous determination of 26 β_2 -agonist residues in swine urine samples by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2014, (9): 2757-2764.
- [4] 张秋兰. 动物源性食品中残留的瘦肉精与血清白蛋白相互作用规律[D]. 江西: 南昌大学, 2011.
- Zhang QL. Analysis of the interaction of β -agonists steroids residues in food stuff of animal origin with serum albumin [D]. Jiangxi: Nanchang University, 2011.
- [5] 邹本革, 刘焕奇, 邹明. 盐酸克伦特罗对小鼠心肌 ATP 酶和抗氧化能力的影响[J]. 中国农学通报, 2009, 25(7): 33-35.
- Zou BG, Liu HQ, Zou M. Effects of clenbuterol on levels of ATP and antioxidant capacity of myocardium in mice [J]. Chin Agric Sci Bulletin, 2009, 25(7): 33-35
- [6] 毕言锋. 基于高分辨质谱技术的 β -受体激动剂在猪体内的代谢研究[D]. 北京: 中国农业大学, 2014.
- Bi YF. Study on the metabolism of β -agonists in swine using high resolution mass spectrometry [D]. Beijing: China Agricultural University, 2014.
- [7] 刘敏, 刘戎, 王立琦, 等. 猪肝中 β -受体激动剂多残留的样品前处理方法比较及同时检测[J]. 分析测试学报, 2012, 31(3): 290-295
- Liu M, Liu R, Wang LQ, *et al.* Comparison of pretreatment methods of β -agonists residues in pig liver and their simultaneous determination [J]. J Instrum Anal, 2012, 31(3): 290-295
- [8] 李阳, 苏晓鸥, 王瑞国, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定绵羊唾液中 14 种 β -受体激动剂[J]. 分析化学, 2013, 41(6): 899-904
- Li Y, Su XO, Wang RG, *et al.* Simultaneous determination of 14 kinds of β -agonist residues in sheep saliva by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2013, 41(6): 899-904
- [9] Smith DJ. The pharmacokinetics, metabolism, and tissue residues of β -adrenergic agonists in livestock [J]. J Anim Sci, 1998, 6(1): 173-194
- [10] 贾涛, 魏秀莲, 王有月. 酶联免疫法检测饲料中莱克多巴胺[J]. 饲料研究, 2008, (4): 39-42.
- Jia T, Wei XL, Wang YY. Determination of ractopamine in the feed by enzyme-linked immunoassay assay [J]. Feed Res, 2008, (4): 39-42.
- [11] 王建平, 沈建忠. 猪肝和饲料中沙丁胺醇和克伦特罗残留的酶联免疫吸附检测法研究[J]. 畜牧兽医学报, 2005, 36(4): 397-401
- Wang JP, Shen JZ. Detection of salbutamol and clenbuterol in swine liver and swine urine by enzyme linked immunosorbent assays [J]. Acta Vet Zootech Sin, 2005, 36 (4): 397-401
- [12] 贾涛, 刘辉. 液相色谱-串联质谱法同时检测饲料中 13 种 β -受体激动剂[J]. 饲料研究, 2014, (3): 55-57
- Jia T, Liu H. Simultaneous determination of 13 β -agonist residues in feed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Feed Res, 2014, (3): 55-57
- [13] 孙雷, 刘琪, 张骊, 等. 饲料中四种 β -受体激动剂残留检测高效液相色谱-串联质谱法研究[J]. 中国兽药杂志, 2008, 4: 15-18
- Sun L, Liu Q, Zhang L, *et al.* Determination of β -agonists in pig urine by HPLC-MS/MS [J]. Chin J Vet Drug, 2008, 4: 15-18
- [14] 郑玲, 吴玉杰, 赵永锋, 等. QuEChERS 结合高效液相色谱-串联质谱法测定饲料中的 18 种 β -兴奋剂[J]. 色谱, 2014, (8): 867-873.
- Zheng L, Wu YJ, Zhao YF, *et al.* Simultaneous determination of 18 β -agonist residues in feed using QuEChERS sample preparation and high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2014, (8): 867-873.
- [15] 李俊锁, 邱月明, 王超. 兽药残留分析 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2002.
- Li JS, Qiu YM, Wang C. Residue analysis for veterinary drug [M]. Shanghai: Shanghai Scientific & Technical Publishers, 2002.
- [16] 李丹, 孙雷, 毕言锋, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测饲料中 20 种 β -受体激动剂残留[J]. 中国兽药杂志, 2013, 47(12): 50-56
- Li D, Sun L, Bi YF, *et al.* Determination of β -agonists in pig urine by UPLC-MS/MS [J]. Chin J Vet Drug, 2013, 47(12): 50-56

(责任编辑: 李振飞)

作者简介



刘 佳, 研发专员, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: liujiajial@cofco.com



杨永坛, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: yangyongtan@cofco.com