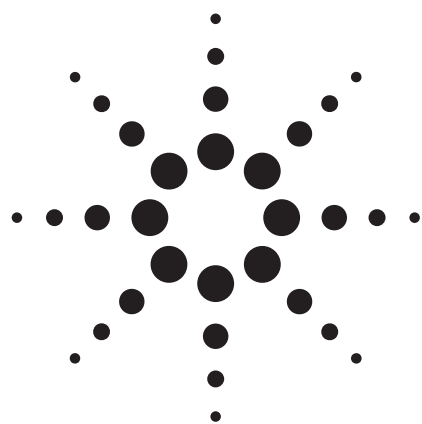




Agilent 6410 液相色谱/质谱/质谱联用法分析鱼肉中的氯霉素、甲砒霉素和氟甲砒霉素

应用简报

冉小蓉, 博涛

氯霉素是欧盟规定禁用的化合物，不允许检出，对氯霉素的分析目前已有一些检测方法开发出。其中，液相色谱/质谱/质谱联用法因具有更高的灵敏度和选择性，而成为常用的分析方法。

在很多实际样品的分析案例中，不仅检测到了氯霉素，还检测到甲砒霉素和氟甲砒霉素。本文开发了一种简单高通量快速分析这三种化合物的方法，可在 6 分钟内同时检测上述三种化合物。结果显示，在负离子模式下，得到了满意的实验结果。

实验

液相色谱条件

色谱柱	安捷伦 ZORBAX Eclipse Plus, 2.1 mm × 50 mm, 1.8 μm
流动相	A: 水 B: 甲醇
流速	0.4 mL/min
洗脱梯度	0–2 min/B 10% to 90%; 2–3 min/B 90%; 3.01/B 10%
停止时间	6 min
柱温	45 °C
进样量	5 μL
质谱条件	
仪器	安捷伦 6410A 三重串联四极杆液相色谱/质谱联用系统
离子源	ESI ⁻

要点

- 采用高分离度快速液相色谱法可在 6 分钟内实现这些化合物的完全分离
- 在负电离模式下获得了高的检测灵敏度
- 内标法可消除基质效应且使样品制备过程中产生的干扰降至最低



Agilent Technologies

样品制备

所有固相萃取小柱使用前均需需用 2 mL 水进行老化

1. 蜂蜜, 在 1 g 样品中加入 25 μ L 10 ppb IS, 加水至 5 mL。过固相萃取小柱, 上样速度 1 mL/min。用 10 mL 乙酸乙酯洗脱。收集洗脱液, 40 °C 下氮气吹干。残余物用 1 mL 甲醇复溶, 超声 1 min, 过滤膜进样。无需对样品进行其他额外处理。
2. 虾, 将 1 g 虾解冻并在搅拌器中打碎。向其中加入 3 mL 水和 25 μ L 10 ppb IS。8,000 rpm 离心 5 min, 取上清液过固相萃取小柱, 上样速度 1 mL/min。用 5 mL 乙酸乙酯进行洗脱。收集洗脱液, 40 °C 氮气吹干。残余物用 1 mL 甲醇复溶, 超声 1 min, 过滤膜进样。
3. 鸡肉, 将 1 g 鸡肉解冻并在搅拌器中打碎。向其中加入 3 mL 水和 25 μ L 10 ppb IS。8,000 rpm 离心 5 min, 上样速度 1 mL/min。用 5 mL 乙酸乙酯进行洗脱。收集洗脱液, 40 °C 氮气吹干。残余物用 1 mL 甲醇复溶, 超声 1 min, 过滤膜进样。

MRM 设置

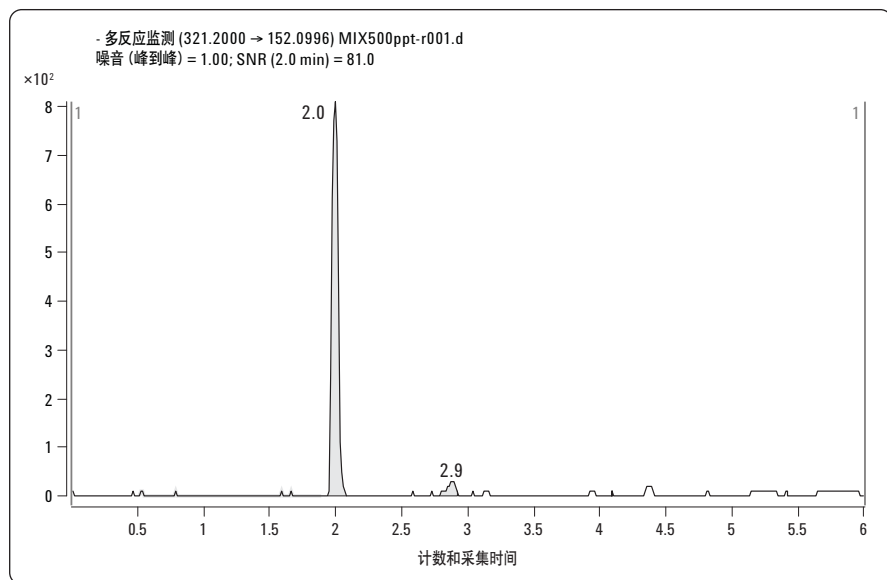
名称	前导离子	子离子	碎裂电压 (V)	碰撞能量 (V)	驻留时间 (ms)
甲砒霉素	354.1	185.1*	120	20	60
	354.1	289.9	120	10	60
氯甲砒霉素	356	185.1*	120	20	60
	356	335.8	120	5	60
氯霉素	321.2	152.1*	120	10	60
	321.2	257.1	120	5	60
D5-氯霉素 (内标)	326.2	157.2	130	15	60

结果

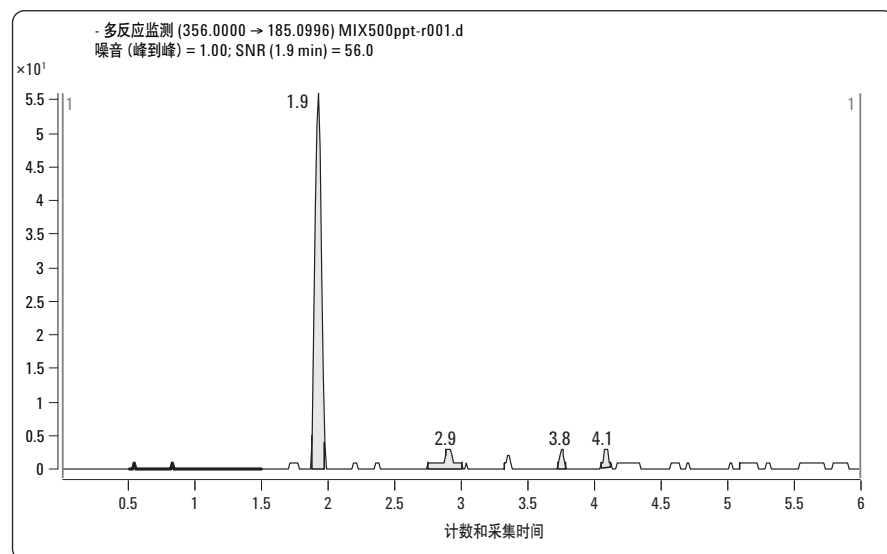
名称	线性 (0.5–20 ppb)
甲砒霉素	0.994
氯甲砒霉素	0.992
氯霉素	0.994

灵敏度

1. 氯霉素 : 0.5 ppb S/N = 81



2. 氯甲砒霉素 : 0.5 ppb S/N = 56

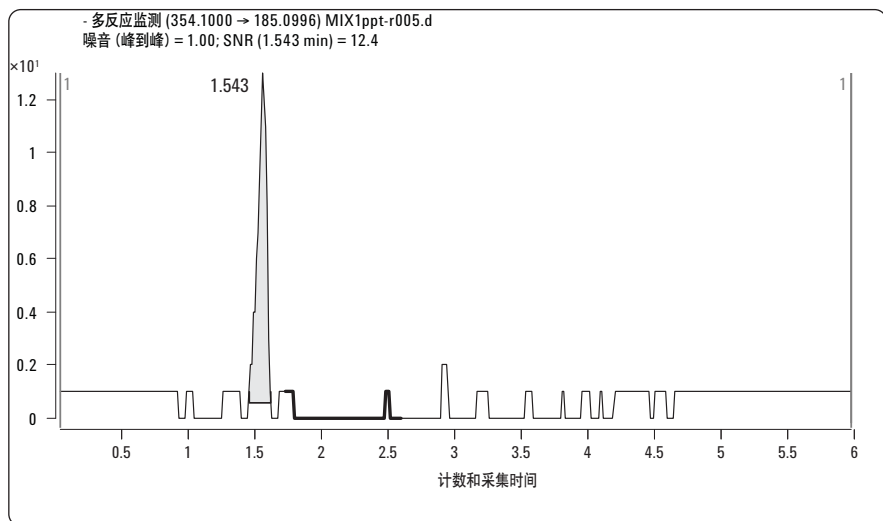


冉小蓉, 博涛为安捷伦应用化学工程师,
北京, 中国

更多资讯

有关我们产品和服务的更多信息, 请访问
www.agilent.com/chem/cn。

3. 甲砒霉素：1 ppb, S/N = 12



www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料中出现的错误，以及由于提供或使用本资料所造成的相关损失不承担责任。

本资料中涉及的信息、说明和规格，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司，2009
中国印刷
2009 年 6 月 15 日
5990-3734CHCN



Agilent Technologies