应用简讯

食品检测

固相萃取结合 LC/MS/MS 分析蜂王浆和蜂蜜中的氯霉素类药物及其代谢物

作者

周金慧
中国农业科学院蜜蜂研究所，
中国北京

张聪聪，吴翠玲，杨霞
安捷伦科技（中国）有限公司，
中国北京

摘要

本研究开发并验证了一种定量分析蜂王浆和蜂蜜中氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考及其代谢物氟苯尼考胺的方法。使用 Agilent Bond Elut Plexa PCX 进行样品前处理，然后在 Agilent 6470 LC/MS/MS 上进行分析。该方法为氯霉素和氯霉素相关化合物提供了一种可靠的解决方案，且具有良好的回收率和重现性。

实验部分

目标分析物

本应用中的四种目标分析物包括氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考及其代谢物氟苯尼考胺。

仪器方法

样品在 Agilent 1260 Infinity II 液相色谱系统上运行，该系统与配备安捷伦喷射流电喷雾离子源的 Agilent 6470 三重四极杆液质联用系统联用。采用 Agilent MassHunter 工作站软件进行数据采集和分析。

HPLC 条件

参数	值
色谱柱	Agilent InfinityLab Poroshell 120 EC-C18, 100 × 3.00 mm, 2.7 µm（部件号 695975-302）
流速	0.4 mL/min
柱温	40 °C
进样量	5 µL
流动相	A）水 + 0.1%甲酸 B）ACN
梯度	溶剂 B 在 7 分钟内从 10% 增加到 100%

质谱条件

参数	值
干燥气温度	250 °C
流速	0.4 mL/min
干燥气流速	7 L/min
雾化器压力	40 psi
鞘气流速	12 L/min

表 1. 目标分析物 MRM 条件

分析物	前级离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碎裂电压 (V)	碰撞能量 (V)	离子模式
氯霉素	321.0	257.0 152.0	100	10 15	负
甲砜霉素	356.0	335.9 184.9	100	8 15	负
氟苯尼考	353.9	289.9 184.9	120	10 15	负
氟苯尼考胺	248.1	230.1 130.1	70	4 20	正

样品萃取

准确称取 2 g 蜂王浆样品置于 50 mL 离心管中。加入 0.25 g 胰蛋白酶和 2 mL 水，然后在 40 °C 下避光震荡 2 小时。用 8 mL 2% 氨化乙腈涡旋提取 1 min，然后在 4 °C 下离心 10 分钟。将上清液于 40 °C 条件下氮吹剩水。用超纯水定容至 5 mL，用于 Bond Elut Plexa PCX，500 mg，6 mL（部件号 12258506）净化。

对于蜂蜜样品，将 5 g 蜂蜜与 20 mL 超纯水混合，在 4 °C 下涡旋并离心 10 分钟。所得上清液可直接进行 Bond Elut Plexa PCX，200 mg，6 mL（部件号 12108206）净化。SPE 流程如图 1 所示。

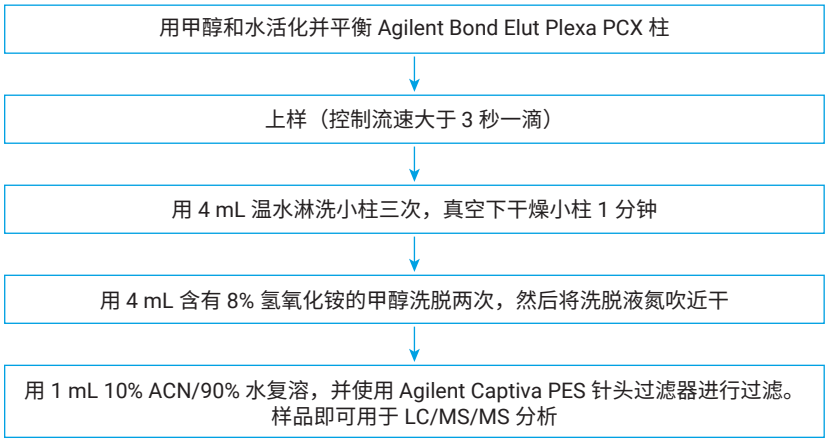


图 1. SPE 净化工作流程图

初步结果与讨论

表 2. 方法回收率和 RSD

基质	分析物	加标浓度 1 ng/g（氟苯尼考胺为 2 ng/g）		加标浓度 2 ng/g（氟苯尼考胺为 4 ng/g）		加标浓度 5 ng/g（氟苯尼考胺为 10 ng/g）	
		回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)
蜂王浆	氯霉素	100.5	1.0	115.0	4.3	116.9	0.6
	甲砜霉素	85.0	3.0	72.0	5.7	78.7	3.7
	氟苯尼考	93.7	4.9	96.7	6.4	105.9	6.9
	氟苯尼考胺	87.7	1.8	83.0	4.8	80.2	4.1
蜂蜜	氯霉素	87.5	3.5	97.8	2.1	106.4	1.8
	甲砜霉素	99.4	1.3	96.2	1.4	105.6	0.4
	氟苯尼考	96.4	3.1	93.6	5.3	96.6	3.7
	氟苯尼考胺	79.0	0.6	86.3	1.1	92.4	2.8

结论

基于 Bond Elut Plexa PCX 固相萃取小柱开发了一种方法；该小柱采用与疏水相互作用产物混合的聚合阳离子交换剂。将样品前处理方法与 LC/MS/MS 联用，为蜂王浆和蜂蜜中氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考及其代谢物氟苯尼考胺的分析提供了出色的回收率和重现性。该方法在正离子和负离子模式下均实现了目标物的高灵敏度质谱分析。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278，400-820-3278（手机用户）

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com/chem

DE.5250925926

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2020

2020 年 5 月 1 日，中国出版
5994-1944ZHCN

Agilent

Trusted Answers