

动物尿液中克伦特罗的快速定性分析方案

前言

β -受体激动剂是一类化学合成的苯乙醇胺类衍生物，可分为含取代基的苯胺型（如克伦特罗）、苯酚型（如沙丁胺醇）、苯二酚型（如特布他林）3 大类，其早期主要用于防治人、动物支气管哮喘和支气管痉挛，后来研究发现在饲料中添加这类药物具有营养再分配作用，可以明显提高动物的瘦肉率，但是人们食用了残留有这些药物的畜禽产品后会出现面色潮红、头痛、头晕、胸闷、心悸、四肢麻木等不良反应症状，严重的可能危及生命。因此，欧盟于 1996 年禁止再畜牧业生产中使用该药，我国农业部也于 1997 年禁止使用。然而，在利益的驱使下，畜牧业生产中使用克伦特罗的现象仍有发生。

目前，我国农业部一直通过猪尿、猪肝和牛羊肉等样品对国内畜产品中克伦特罗等 β -受体激动剂残留实施例行监测和残留检测，以确保为我国动物性食品质量安全。其中，猪尿样品相对于猪肝等动物组织样品，具有宰前检测、样品处理简单等优点。

本研究基于 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统开发了动物尿液中克伦特罗的快速检测方法，无需繁琐的样品前处理，1 步操作 1min 完成样品分析，本方法的检出限为 0.025 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

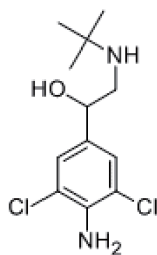


图 1. 克伦特罗的结构式

实验部分

1.1 仪器及材料

线性离子阱质谱仪（Thermo LTQ）；

MS-Mate（M2001）；

快速检测试剂包（含 PCS 试剂盒、微量液体取样器、快速检测专用溶剂-A01）；

PCS 干燥器（PCSD1001）。

1.2 分析条件

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：子离子扫描；

喷雾电压：4kV；

毛细管温度：30 $^{\circ}\text{C}$ ；

监测离子对和碰撞能量见表 1

表 1 监测离子对和碰撞能等参数

化合物中文名称	母离子	子离子	碰撞能
---------	-----	-----	-----

克伦特罗 Clenbuterol	277	二级子离子 259 三级子离子 203	38 30
---------------------	-----	------------------------	----------

1.3 实验方法

1.3.1 实验样品

克伦特罗, CAS 37148-27-9, 纯度 >98%, Dr.Ehrenstorfer。准确称取 10mg 克伦特罗标准品于 10mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并定容, 配置成浓度为 1000 μ g/mL 的克伦特罗储备溶液, 使用时稀释至所需浓度;

阴性尿液样品存于密封容器中, 冷藏保存。

1.3.2 样品检测

用微量液体取样器移取待测尿液, 加载于 PCS 试剂盒样品窗口的纸基上, 将试剂盒放入烘干装置直至尿液完全干燥, 冷却后取 5 滴快速检测专用溶剂-A01 加载于溶剂窗口, 而后将 PCS 试剂盒插入 MS-Mate 进样平台, 供质谱测定。

实验结果与讨论

2.1 质谱图

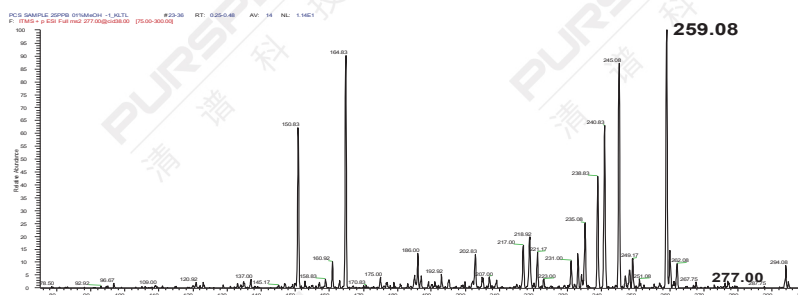


图 2.1 加标尿液中克伦特罗 (0.025 μ g/mL) 的二级子离子扫描谱图

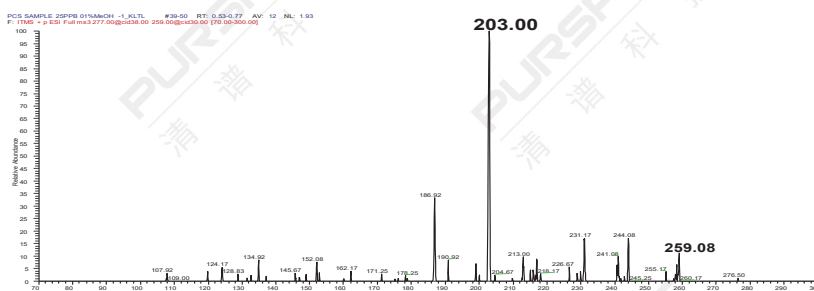


图 2.2 加标尿液中克伦特罗 (0.025 μ g/mL) 的三级子离子扫描谱图

2.2 检出限

通过对阴性尿液样品加标的方式考察了本方法的检出限, 以 S/N=3 计, 本方法克伦特罗的检出限为 0.025 μ g/mL。

结论

本方法使用 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统建立了快速测定尿液中克伦特罗的方法, 该方法无需对样品进行前处理, 无需繁琐的净化以及色谱分离, 使用 PCS 试剂盒, 可为快速完成尿液中克伦特罗的定性筛查提供了简单的解决方案。