

原位电离法对动物尿液中克伦特罗的快速定性分析

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。

本研究基于小型质谱分析系统开发了动物尿液中克伦特罗的实时快速检测方法，无需繁琐的样品前处理，无需耗时的色谱分离，简单操作即可完成样品分析。本方法的检出限为 500ng/mL。

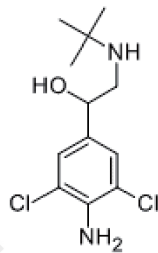


图 1 克伦特罗结构式

实验部分

1.1 仪器及材料

Mini β B1001 小型质谱分析系统；

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

电离模式：正离子模式。

检测方式：子离子扫描，监测离子对见表 1。

表 1 监测离子对

化合物中英文名称	母离子	子离子
克伦特罗 Clenbuterol	277	203、259

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;

尿液样品存于密封容器中, 冷藏保存。

1.3.2 标准溶液检测

用微量液体取样器蘸取一次标准溶液, 加载于 PCS 试剂盒样品窗口的纸基上, 取 5 滴快速检测专用溶剂-A01 加载于溶剂窗口, 将试剂盒插入质谱仪进样口, 进行质谱分析。

1.3.3 样品检测

用微量液体取样器蘸取一次合成尿液, 加载于样品窗口的基底上, 将试剂盒放入 PCS 干燥器 (PCSD1001) 将尿液烘干, 冷却后取 5 滴快速检测专用溶剂-A01 加载于溶剂窗口, 将试剂盒插入质谱仪进样口, 进行质谱分析。

实验结果与讨论

2.1 质谱图

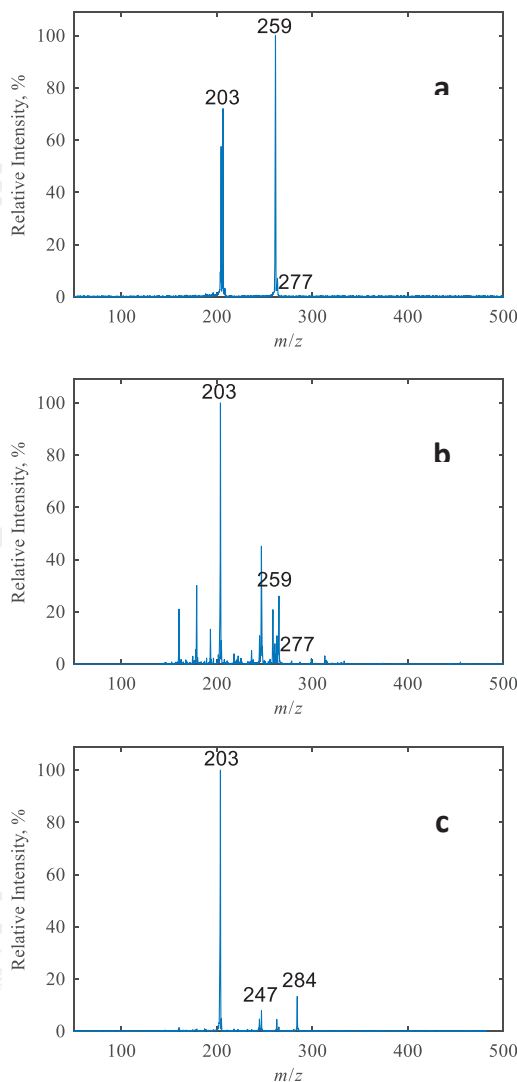


图2 (a) 800ng/mL 克伦特罗标准溶液离子扫描质谱图; (b) 加标尿液中克伦特罗 (500ng/mL) 离子扫描质谱图; (c) 阴性尿液中克伦特罗离子扫描质谱图

2.2 检出限

通过对阴性尿液样品加标(500ng/mL)的方式考察了本方法的检出限,以 S/N=3 计,本方法的 LOD 为 500ng/mL。

结论

本方法使用 Mini β 小型质谱分析系统建立了快速测定动物尿液中克伦特罗的方法,该方法只需要对样品进行简单的提取,无需繁琐的净化以及色谱分离,使用 PCS 试剂盒,完成动物尿液中克伦特罗的快速定性检测,为确保为我国动物性食品质量安全提供了快速简单的解决方案。