

饲料中可乐定与赛庚啉的定性检测

前言

可乐定（Clonidine, CLO）是一种中枢神经系统肾上腺素 α 2-受体激动剂，近年来开始将可乐定用于促进动物生长和改善胴体组成的研究。赛庚啉（Cyproheptadine, CYP）是一种组胺 H1 受体拮抗药，作为人用药可用于荨麻疹、湿疹、过敏性和接触性皮炎等疾病，可以通过结合下丘脑的 5-羟色胺位点阻断其活性，兴奋摄食中枢，从而达到增加动物体重和促进采食的作用。因此，出现了将可乐定和赛庚啉两种药物在动物养殖过程中进行非法使用的情況，消费者在食用含有药物残留的动物产品后会产生严重的食品安全隐患。可乐定和赛庚啉作为新型非法添加物已被写入农业部 1519 号公告《禁止在饲料和动物饮水中使用的物质》，明确禁止使用。

本研究基于 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统开发了饲料中可乐定与赛庚啉的快速检测方法，无需繁琐的样品前处理，1 步操作 1min 完成样品分析，本方法的检出限均为 5ng/g。



图 1. 可乐定与赛庚啉的结构式

实验部分

1.1 仪器及材料

三重四极杆质谱仪（岛津-8040）；

MS-Mate（M4001）；

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）；

快速检测试剂包（含 PCS 试剂盒、微量固体取样器、快速检测专用溶剂-A01）。

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：3.8kv；

DL 温度：250℃

加热块温度：200℃

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	碰撞能	子离子
可乐定 clonidine	230	30	124、160
赛庚啉 Cyproheptadine	288	30	191、215

1.3 实验方法

1.3.1 实验样品

可乐定, CAS 4205-90-7。冷藏保存, 使用时稀释至所需浓度。

赛庚啉, CAS 41354-29-4。冷藏保存, 使用时稀释至所需浓度。

阴性饲料样品存于密封容器中, 常温保存。

1.3.2 标准溶液检测

用微量液体取样器移取标准溶液, 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, 而后将 PCS 试剂盒插入 MS-Mate 进样平台, 供质谱测定。

1.3.3 样品检测

用微量固体取样器移取约一平勺饲料粉末, 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, 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

2.1.1 标准溶液质谱图

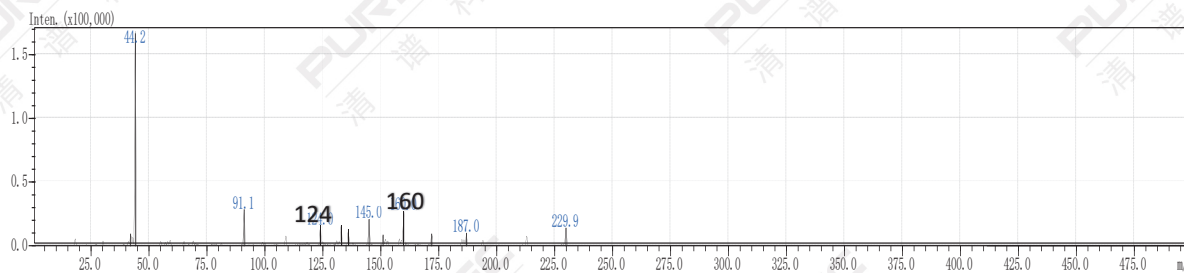


图 2.1 500ng/mL 可乐定标准溶液二级质谱图 (230>124、230>160)

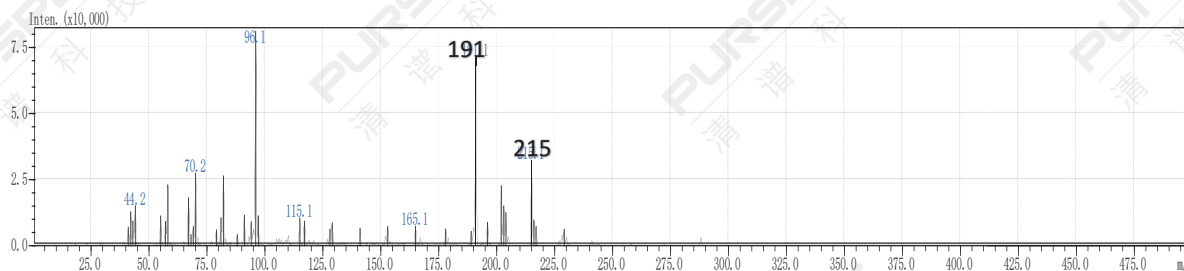


图 2.2 500ng/mL 赛庚啉标准溶液二级质谱图 (288>191、288>215)

2.1.2 阴性饲料基质质谱图及加标饲料基质质谱图

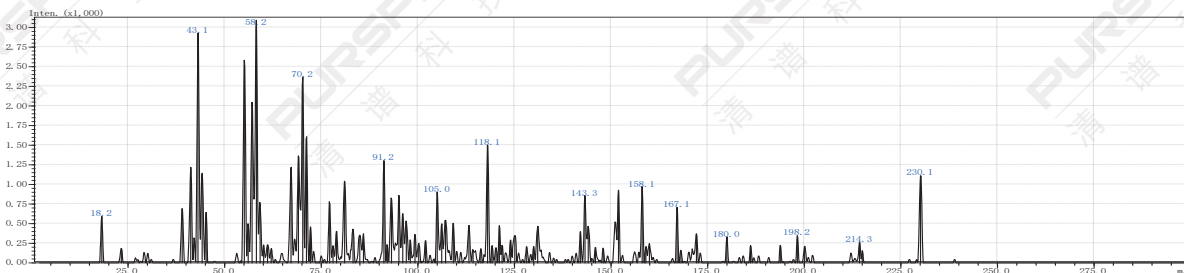


图 2.3 阴性饲料基质中可乐定二级质谱图 (230>124、230>160)

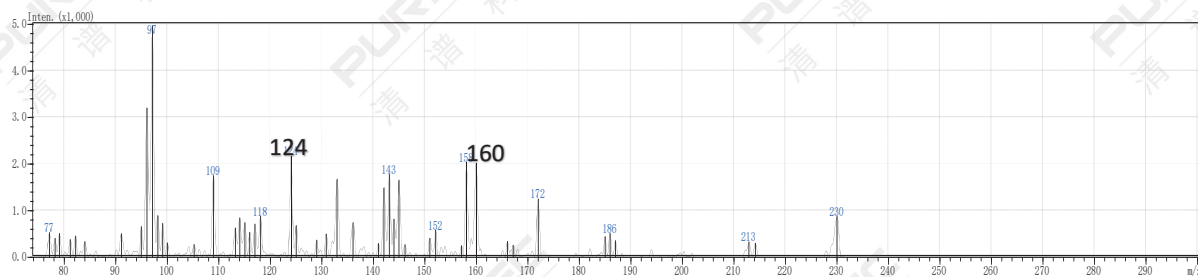


图 2.4 加标饲料中可乐定（5ng/g）的二级质谱图（230>124、230>160）

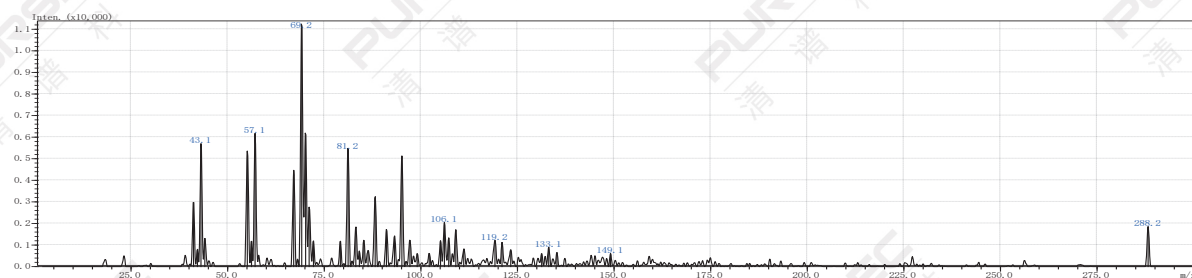


图 2.5 阴性饲料基质中赛庚啶二级质谱图（288>191、288>215）

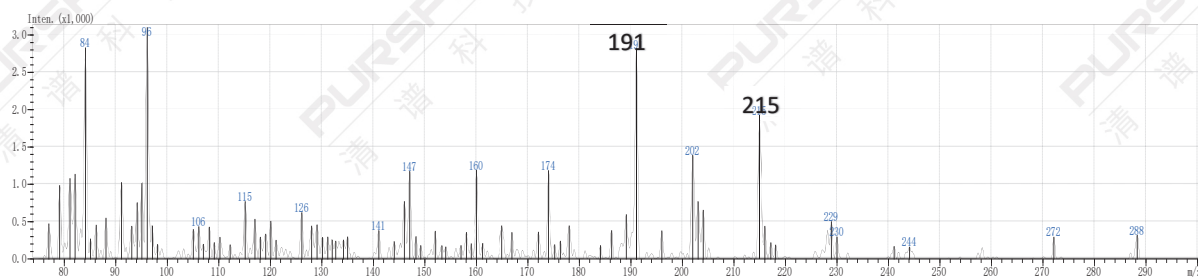


图 2.6 加标饲料中赛庚啶（5ng/g）的二级质谱图（288>191、288>215）

2.2 检出限

通过对阴性饲料样品加标的方式考察了本方法的检出限,以 $S/N=3$ 计,本方法可乐定与赛庚啶的检出限为 5ng/g。

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饲料中可乐定与赛庚啶的方法,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,可为快速完成饲料中可乐定与赛庚啶的定性检测提供了快速简单的解决方案。