

## 饲料中氯霉素的定性检测

### 前言

氯霉素属广谱抑菌抗生素，是治疗伤寒，副伤寒的首选药，治疗厌氧菌感染的特效药物之一，其次用于敏感微生物所致的各种感染性疾病的治疗。我国先后制订了一系列标准方法用于饲料、畜禽、水产品、乳制品等氯霉素残留含量的检测。随着临床应用范围的扩大和用药时间的延长，人们逐渐发现氯霉素对骨髓造血系统等一系列毒副作用，欧盟、美国和我国均把氯霉素列为禁用兽药。

气相色谱法和液相色谱法对氯霉素类化合物进行检测无法提供化合物的结构信息，灵敏度也达不到要求，因此，氯霉素类抗菌素的确证检测方法主要为气相色谱-质谱法（GC-MS）和液相色谱-串联质谱法（LC-MS/MS）。GC-MS和 LC-MS/MS 法的样品前处理过程复杂，甚至需对氯霉素进行繁琐的衍生化处理，大大增加了检测时间。

本研究基于 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统开发了饲料中氯霉素的快速检测方法，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 1 $\mu$ g/g。

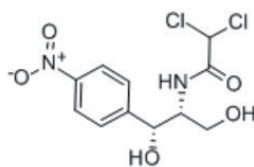


图 1. 氯霉素的结构式

### 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）；

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：负离子扫描；

检测方式：子离子扫描；

喷雾电压：4kv；

毛细管温度：300 $^{\circ}$ 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	碰撞能	子离子
氯霉素 Chloramphenicol	321.0	25	257、194、152

#### 1.3 实验方法

##### 1.3.1 实验样品

氯霉素，CAS 56-75-7。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

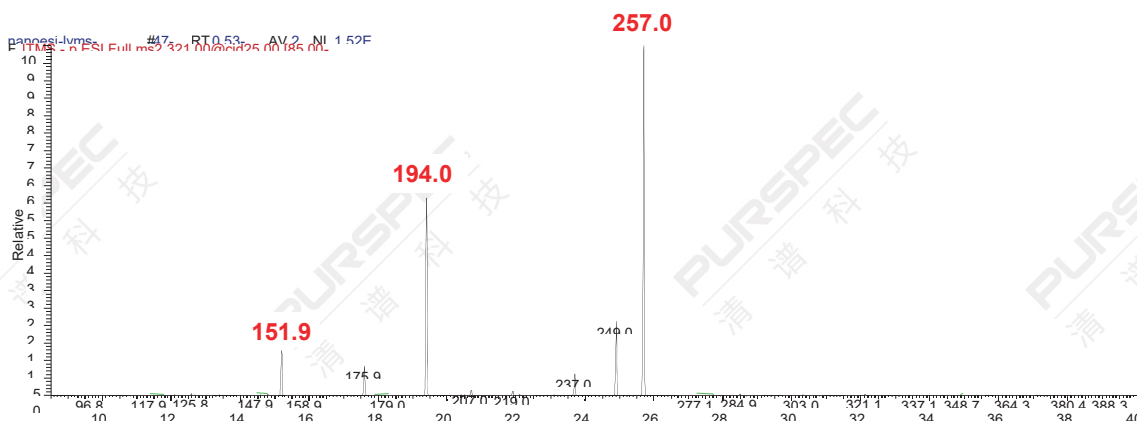


图 2.1 1µg/mL 氯霉素标准溶液二级谱图 (321>257,194,152)

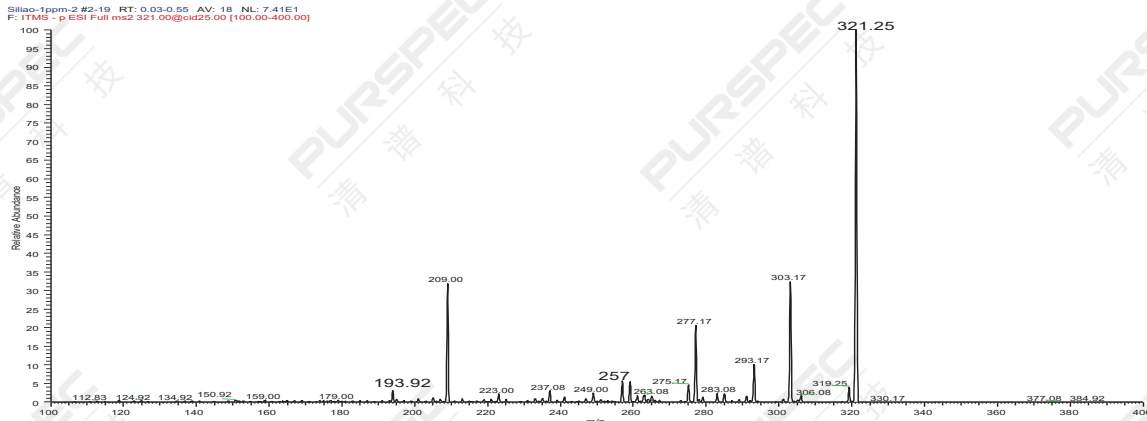


图 2.2 加标饲料中氯霉素 (1µg/g) 的二级扫描谱图 (321>257,194,152)

### 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，本方法氯霉素的检出限为 1µg/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氯霉素的方法，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氯霉素的定性检测提供了快速简单的解决方案。