

全自动固相萃取-高效液相质谱联用测定猪肉及鸡肉中的 A₂-受体激动剂残留量

关键词

全自动固相萃取；高效液相色谱-串联质谱；A₂-受体激动剂

介绍

A₂-受体激动剂作用于外周和中枢神经系统的交感神经末梢，减少去甲肾上腺素的释放，可产生镇静、抗焦虑、抗交感兴奋作用以及一定的镇痛作用。其中替扎尼定（TIZANIDINE）为骨骼肌松弛药，临床上主要用于疼痛性肌痉挛等。赛拉嗪（盐酸二甲苯胺噻嗪，XYLAZINE）具有镇静，镇痛和中枢性肌肉松弛作用，主要用于马，牛，羊，犬，猫及鹿等野生动物的镇静与镇痛药，也用于复合麻醉及化学保定，以便于长途运输、去角、锯茸、去势、剖腹术、穿鼻术、子宫复位等。

溴莫尼定（BRIMONIDINE）是一种临床用于开角型青光眼及高眼压患者的药物，与B受体阻断剂合用，其降低眼压的效果更好。安普乐定（APRACLONIDINE HYDROCHLORIDE）具有较强的A₂-肾上腺素能受体的作用，通过激活眼内A₂-肾上腺素能受体，降低眼内压。可乐定（CLONIDINE）是一种老降血压药，现在很少使用，可乐定能够抑制中枢神经，降低血压，量大可导致休克，心率缓慢，造成呼吸循环衰竭死亡。



猪肉及鸡肉中的 α_2 -受体激动剂残留量的测定

α_2 -受体激动剂作用于外周和中枢神经系统的交感神经末梢，减少去甲肾上腺素的释放，可产生镇静、抗焦虑、抗交感兴奋作用以及一定的镇痛作用。其中替扎尼定为骨骼肌松弛药，临床上主要用于疼痛性肌痉挛等。赛拉嗪具有镇静、镇痛和中枢性肌肉松弛作用，主要用于马、牛、羊、犬、猫及鹿等野生动物的镇静与镇痛，也用于复合麻醉及化学保定，便于野生动物长途运输、去角、锯茸、去势、剖腹术、穿鼻术、子宫复位等。溴莫尼定是一种临床用于开角型青光眼及高眼压患者的药物，与 β 受体阻断剂合用，其降低眼压的效果更好。安普乐定具有较强的 α_2 -肾上腺素能受体的作用，通过激活眼内 α_2 -肾上腺素能受体，降低眼内压。可乐定是一种老降血压药，现在很少使用，可乐定能够抑制中枢神经，降低血压，量大会导致休克，心率缓慢，造成呼吸循环衰竭死亡。

本应用文章参考《GB 31660.6-2019 动物性食品中5种 α_2 -受体激动剂残留量的测定》中的方法，采用混合阳离子交换柱净化，高效液相色谱-串联质谱（HPLC-MS/MS）联用技术检测，建立了猪肉和鸡肉中对替扎尼定、赛拉嗪、溴莫尼定、安普乐定和可乐定高灵敏度的前处理和检测分析方法，这5种物质的加标回收率均在80%以上。

仪器与耗材

仪器	Auto Prep 200全自动液体样品处理工作站
	Raykol Fotector Plus高通量全自动固相萃取仪
	Raykol MPE系列高通量真空平行浓缩仪
	Raykol Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪
	Agilent 1290高效液相色谱（HPLC），Agilent 6470质谱检测器（MS）
耗材	混合阳离子交换柱（RayCure MCX, 60mg/3mL），货号：RC-204-72855

溶液配制

碳酸钠溶液	取无水碳酸钠10.6g，用水溶解并稀释至100mL
碳酸氢钠溶液	取碳酸氢钠8.4g，用水溶解并稀释至100mL
碳酸钠缓冲溶液	取碳酸钠溶液90mL、碳酸氢钠溶液10mL，混匀，现用现配
甲酸溶液（0.2%）	取甲酸1mL，用水溶解并稀释至500mL
甲酸-乙腈溶液	取0.2%甲酸溶液80mL，加乙腈20mL，混匀
氨水甲醇溶液（5%）	取氨水5mL，用甲醇溶解并稀释至100mL

标准曲线配制

将1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准储备液取出，于室温平衡后用Auto Prep 200全自动液体样品处理工作站配成浓度为1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准工作曲线。



全自动液体样品处理工作站

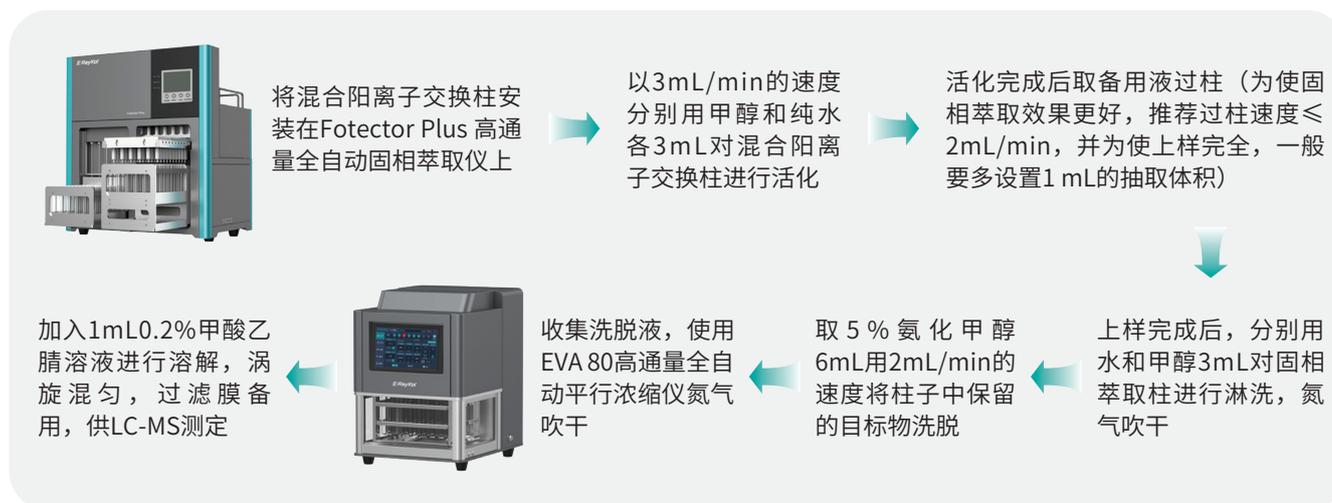
序号	命令	源液位	源液浓度	源液体积/mL	目标位	目标浓度	目标体积/mL	溶剂	洗针溶剂
1	填充管路	A1	1000.00	1.00	A11	100.00	3.00	甲酸-乙腈	甲酸-乙腈
2	直接稀释	A11	100.00	1.00	A12	10.00	1.00	甲酸-乙腈	甲酸-乙腈
3	直接稀释	A12	10.00	1.00	A41	1.00	1.00	甲酸-乙腈	甲酸-乙腈
4	直接稀释	A12	10.00	1.00	A42	2.00	1.00	甲酸-乙腈	甲酸-乙腈
5	直接稀释	A12	10.00	1.00	A43	5.00	1.00	甲酸-乙腈	甲酸-乙腈
6	直接稀释	A12	10.00	1.00	A44	10.00	1.00	甲酸-乙腈	甲酸-乙腈
7	直接稀释	A11	100.00	1.00	A44	10.00	1.00	甲酸-乙腈	甲酸-乙腈
8	直接稀释	A11	100.00	1.00	A45	20.00	1.00	甲酸-乙腈	甲酸-乙腈
9	方法结束								

样品处理

猪肉及鸡肉样品前处理



固相萃取净化



固相萃取净化条件

全自动固相萃取仪	Fotector Plus 高通量全自动固相萃取仪
固相萃取柱	混合阳离子交换柱 (60mg/3mL)
活化	甲醇、纯水
淋洗	纯水、甲醇
洗脱	5% 氯化甲醇

命令	溶剂	排出	流速 (mL/min)	体积 (mL)	时间 (min)
清洗样品通道	CH ₃ OH				2.8
活化	CH ₃ OH	有机废液	2	3	1.9
活化	H ₂ O	废水	2	3	1.9
上样		有机废液	1	5	5.6
淋洗	H ₂ O	废水	3	3	1.4
淋洗	CH ₃ OH	有机废液	3	3	1.4
吹干					15
洗脱	5% 氯化甲醇	收集	2	6	3.5
暂停					2
气推		收集	10	5	1.1
结束					

液相色谱条件

柱子	C ₁₈ 色谱柱 (Waters, 100mm × 2.1mm × 1.7 μ m)
流速	0.300 mL/min
流动相	A: 乙酸铵溶液 (含 0.1% 甲酸), B: 乙腈
柱温	35°C
进样体积	2 μ L
检测器	Agilent 6470
离子模式	ESI+
离子源温度	150°C
簇电压	4000
雾化压力	35psi
梯度洗脱	0min 乙腈 7%, 0-2.0 min 乙腈 7%, 4.0-5.0 min 乙腈 70%, 5.5-8.0 min 乙腈 7%

图-1. Fotector Plus 固相萃取方法



睿科集团股份有限公司
RayKol Group Corp., Ltd.

智能化、自动化实验室整体解决方案

网址: www.raykol.com

电话: 400-885-1816

邮箱: info@raykol.com



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2020年10月版