

HLB Lim- 水产品应用系列之 β - 受体激动剂 (Copure® HLB-Lim)

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的鱼肉样品 2.5 g 于干净离心管中，加入 10 mL 0.2% 甲酸乙腈：水 =80:20 (V:V) 溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化 (Copure® HLB-Lim, 200 mg/3mL)

取 2 mL 上述上清液过柱，收集流出液，取其中 500 μ L 用 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白鱼肉样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，分别取流出液 500 μ L 加入适量 β - 受体激动剂标准溶液，再以 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，得到合适浓度的基质曲线。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TSQ Endura)

色谱柱：Hypersil GOLD C18 (2.1 mm \times 100 mm, 1.9 μ m)

流动相：A：水 (0.1% 甲酸, 10mM 乙酸铵)

B：乙腈 (0.1% 甲酸)

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1 流速：0.25 mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：5 μ L

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	98	2
0.25	98	2
2.00	70	30
4.00	70	30
4.20	30	70
6.20	30	70
6.50	2	98
7.80	2	98
8.00	98	2
10.00	98	2

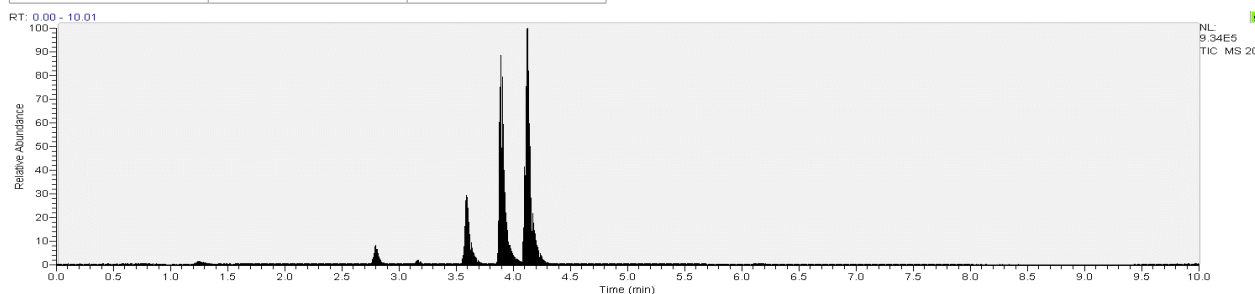


图 1 添加水平为 10 ng/mL 时 6 种 β - 受体激动剂的总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure® HLB-Lim 固相萃取柱, 200 mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μ m, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6 \times 32 mm, 9-425	100 个 / 盒

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380 $^{\circ}$ C

辅气温度：350 $^{\circ}$ C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	沙丁胺醇	2.79	240.1	148.0*, 222.1
2	特布他林	2.80	226.1	152.1*, 107.1
3	莱克多巴胺	3.60	302.1	284.0, 164.1*
4	妥布特罗	3.90	228.1	154.0*, 118.1
5	克伦特罗	3.92	277.1	259.0, 203.0*
6	班布特罗	4.13	368.1	294.0*, 312.0

五、实验结果

表 3 β - 受体激动剂加标回收实验结果

目标物	0.5 μ g/L		1.0 μ g/L		5.0 μ g/L		10.0 μ g/L	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
沙丁胺醇	105	4.28	88.5	3.10	95.1	7.61	82.7	1.38
特布他林	96.9	9.92	82.3	2.19	96.6	5.38	81.7	1.48
莱克多巴胺	115	2.10	77.2	6.06	78.9	5.72	72.9	0.68
妥布特罗	107	6.89	96.3	0.27	75.5	11.6	81.9	0.57
克伦特罗	106	5.04	101	6.27	97.1	1.52	95.0	0.50
班布特罗	118	2.37	102	3.15	84.0	1.22	98.8	1.67

表 4 6 种 β - 受体激动剂基质曲线信息

目标物	曲线	R2
沙丁胺醇	Y=6433.37X-500.280	0.9986
特布他林	Y=6935.71X-473.076	0.9996
莱克多巴胺	Y=19323.6X+3264.19	0.9976
妥布特罗	Y=79359.8X-10928.6	0.9999
克伦特罗	Y=28878.1X-2466.66	0.9999
班布特罗	Y=126111X-24210.5	0.9999