

LC-MSMS 测定动物性食品中阿托品、东莨菪碱、山莨菪碱、利多卡因、普鲁卡因残留量

LCMSMS-755

摘要：依据 GB 31658.19-2022《食品安全国家标准 动物性食品中阿托品、东莨菪碱、山莨菪碱、利多卡因、普鲁卡因残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》，建立了使用岛津三重四极杆液质联用技术测定动物性食品中阿托品、东莨菪碱、山莨菪碱、利多卡因、普鲁卡因残留量的方法。采用外标法建立基质匹配校准曲线，在 0.1~10 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内线性关系良好，相关系数大于 0.999。在 0.1、1、10 $\mu\text{g/L}$ 三个浓度下，各化合物的保留时间和峰面积的 RSD% 分别在 0.09~0.16% 和 1.28~6.51% 之间，仪器精密度良好。对空白猪肉样品进行了 0.5、1、5 $\mu\text{g/kg}$ 三个浓度水平的加标回收实验，回收率在 78.0-102% 之间。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于动物性食品中阿托品、东莨菪碱、山莨菪碱、利多卡因、普鲁卡因残留量的快速检测。

关键词：LC-MS/MS 动物性食品 阿托品 东莨菪碱 山莨菪碱 利多卡因 普鲁卡因

技术特点：

- ❖ 阿托品、东莨菪碱、山莨菪碱、利多卡因、普鲁卡因灵敏度远高于标准要求。
- ❖ 分析速度快，4 分钟完成分析，优于标准方法。

畜肉注水通常是活体注入，利用机械泵等强行向猪、牛、羊等体内灌水，此时由于外部的刺激，动物体就会由于疼痛而产生应激反应，在这种条件下宰杀的畜肉品质较差的肉，大大影响肉的销售质量。为了提高肉的质量，确保肉的感官状态良好，同时躲避监管及处罚，不法商贩对注水方式进行改良，在注水的同时，为动物注射一些保水药物和消炎药物，便于肌肉蓄积大量水分，并缓解其疼痛感。目前报道的用于保水剂的药物有阿托品、东莨菪碱、山莨菪碱、利多卡因和普鲁卡因等。残留的药物毒性较大，会引起如

反应迟顿、精神衰颓、昏迷、口干、瞳孔放大等症状。因此，为保障畜禽产品的质量安全和资源环境的可持续发展，有必要对动物性食品中阿托品、东莨菪碱、山莨菪碱、利多卡因和普鲁卡因的残留进行严格监管。

本文依据 GB 31658.19-2022《食品安全国家标准 动物性食品中阿托品、东莨菪碱、山莨菪碱、利多卡因、普鲁卡因残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》，使用岛津三重四极杆液质联用仪，建立了动物性食品中阿托品、东莨菪碱、山莨菪碱、利多卡因、普鲁卡因残留量的检测方法，可为相关从业人员提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津三重四极杆液质联用仪 LCMS-8050，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-20A	脱气机：	DGU-20A 5R
输液泵：	LC-30AD×2	柱温箱：	CTO-20AC
自动进样器：	SIL-30AC	质谱仪：	LCMS-8050
色谱工作站：	Labsolutions Ver. 5.109		

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：	Shim-pack GIST C18-AQ HP (50 mm x 2.1 mm I.D., 1.9 μm , 岛津(上海)实验器材有限公司, P/N:227-30807-01)
流动相：	A-0.1% 甲酸水 +2 mM 甲酸铵溶液；B-0.1% 甲酸乙腈

■ 结果与讨论

3.1 标准样品谱图

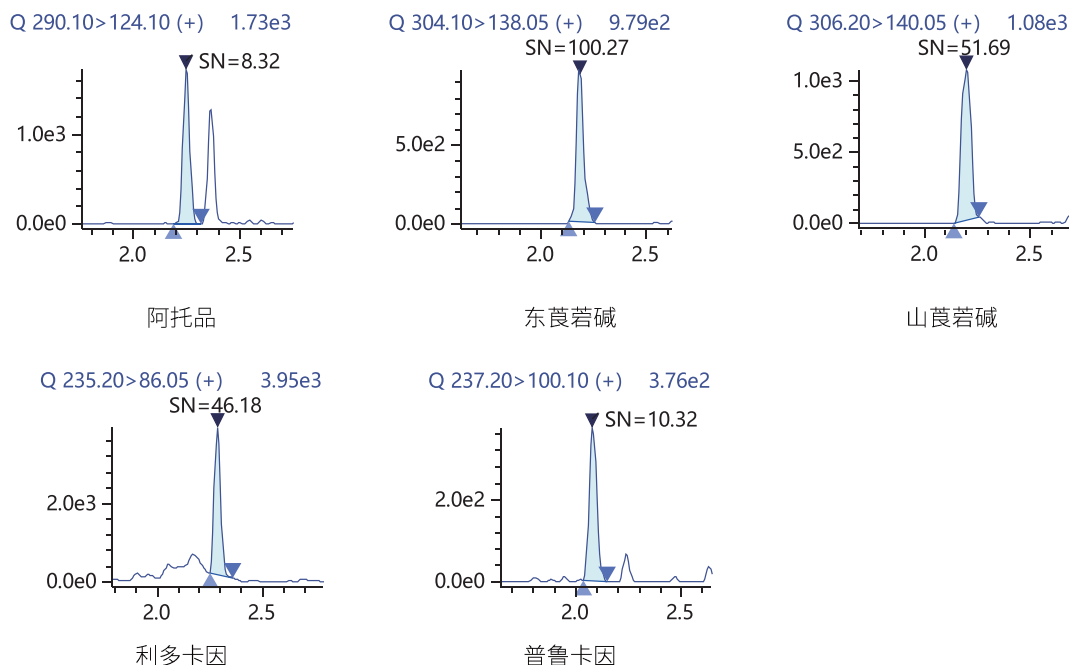


图2 0.1 µg/L 猪肉基质标准溶液的MRM 色谱图

3.2 校准曲线和灵敏度

分别配制0.1、0.2、0.5、1、2、5、10 µg/L的猪肉基质匹配标准溶液按1.2中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线。根据0.1 µg/L 标样数据，以3倍信噪比、10倍信噪比计算检出限、定量限。各化合物线性方程、相关系数、检出限以及定量限如表3所示。

表3 线性方程及灵敏度

序号	化合物	校准曲线	相关系数 r	检出限 (µg/L)	定量限 (µg/L)
1	阿托品	Y=44348X-2042	0.9999	0.036	0.120
2	东莨菪碱	Y=21661X-326	0.9999	0.003	0.010
3	山莨菪碱	Y=39108X-1851	0.9996	0.006	0.019
4	利多卡因	Y=105773X-5810	0.9998	0.006	0.022
5	普鲁卡因	Y=11180X-781	0.9996	0.029	0.097

3.3 重复性实验

取0.1、1和10 µg/L猪肉基质匹配混合标准溶液，连续进样6次，考察仪器的重复性，测定结果见表4。

表4 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

序号	化合物	RSD% (0.1 µg/L)		RSD% (1 µg/L)		RSD% (10 µg/L)	
		R.T	Area	R.T	Area	R.T	Area
1	阿托品	0.10	4.81	0.10	2.03	0.14	2.04
2	东莨菪碱	0.12	5.94	0.09	2.62	0.14	3.48
3	山莨菪碱	0.17	6.51	0.10	3.90	0.15	1.28
4	利多卡因	0.12	5.66	0.10	2.08	0.14	2.08
5	普鲁卡因	0.12	3.28	0.14	5.00	0.16	1.82

3.4 加标回收率

将猪肉空白样品进行低、中、高三个浓度水平加标，按照上述前处理方法处理后上机，每个水平重复测定 4 次。结果如表 5 所示：平均回收率在 78.0-102% 之间，RSD 在 1.12~8.31% 之间。

表 5 添加回收率结果 (n=4)

序号	化合物	低浓度 (0.5 µg/kg)		中浓度 (1 µg/kg)		高浓度 (5 µg/kg)	
		平均回收率 (%)	RSD(%)	平均回收率 (%)	RSD(%)	平均回收率 (%)	RSD(%)
1	阿托品	102	4.49	98.1	4.90	88.2	1.49
2	东莨菪碱	86.2	6.87	84.2	4.02	90.8	3.15
3	山莨菪碱	99.2	6.45	90.8	8.31	83.3	4.18
4	利多卡因	96.7	5.30	90.8	1.93	78.0	1.12
5	普鲁卡因	101	5.28	95.6	5.14	80.7	4.28

■ 结论

本文建立了一种使用岛津三重四极杆液质联用仪测定动物性食品中阿托品、东莨菪碱、山莨菪碱、利多卡因、普鲁卡因残留量的方法。各化合物在线性范围在 0.1~10 µg/L 间，相关系数 $R > 0.999$ 。在猪肉基质中添加低、中、高三个浓度 (0.5、1、5 µg/kg) 的混标，回收率在 78.0-102% 之间，RSD 在 1.12~8.31% 之间。该分析方法灵敏度高，重复性好，准确度高，稳定可靠。可供相关行业检测人员参考使用。

岛津应用云

