

# LC-MS/MS 法测定动物性食品中左旋咪唑残留量

LCMSMS-756

**摘要：**本文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左旋咪唑残留量的方法。采用外标法建立基质匹配校准曲线，在 0.5~50  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内线性关系良好，相关系数大于 0.999。在高、中、低三个浓度下，化合物的保留时间和峰面积的 RSD% 分别在 0.26~0.58% 和 0.72~2.12% 之间，仪器精密度良好。对空白样品进行了 1、5、10  $\mu\text{g/kg}$  三个浓度水平的加标回收实验，回收率在 79.7~92.7% 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左旋咪唑残留的准确定量检测。

**关键词：**三重四极杆液质联用仪 动物性食品 左旋咪唑

## 技术特点：

- ❖ 左旋咪唑灵敏度远高于标准 GB 31658.21-2022 的要求。
- ❖ 分析速度快，3.5 分钟完成分析，优于标准方法。

左旋咪唑是一种常用的驱肠虫药物，主要用于控制牛、羊、猪、鸡等动物胃肠道和肺脏中的线虫，具有广谱、高效、性质稳定等优点；同时又是一种免疫调节剂，能提高细胞免疫功能，增强机体抗感染的作用，对某些急慢性病有良好的辅助治疗作用，在我国畜牧养殖业中具有十分广泛的用途。如果不当使用，容易造成在动物产品中的残留，对处于食物链末端的人类的身体健康造成不良影响。

我国 GB 31650-2019 《食品安全国家标准 食品中兽

药最大残留限量》中规定，牛、羊、猪、家禽（泌乳期禁用、产蛋期禁用）肌肉、脂肪、肾中左旋咪唑的最大残留限量为 10  $\mu\text{g/kg}$ ，肝中为 100  $\mu\text{g/kg}$ 。因此，为保障畜禽产品的质量和资源环境的可持续发展，有必要对动物性食品中左旋咪唑的残留进行严格监管。

本文使用岛津三重四极杆液质联用仪，参考 GB 31658.21-2022 《食品安全国家标准 动物性食品中左旋咪唑残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》中的方法，建立了一种快速准确测定动物性食品中左旋咪唑的方法。

## ■ 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 $\mu\text{m}$ ，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		
进样体积：	1 $\mu\text{L}$	柱温：	40 $^{\circ}\text{C}$
流速：	0.4 mL/min	洗针液：	甲醇 / 水 =1:1 (v:v)
洗脱方式：	梯度洗脱，B 相起始浓度为 10%，时间程序如表 1 所示。		

表 1 梯度洗脱时间程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
0.50	泵	B Conc	10
1.50	泵	B Conc	95
2.00	泵	B Conc	95
2.01	泵	B Conc	10
3.50	控制器	STOP	

## 质谱条件

离子化模式：	ESI +	雾化气流速：	3.0 L/min
接口电压：	4 kV	干燥气流速：	10.0 L/min
接口温度：	300°C	加热气流速：	10.0 L/min
D L 温度：	250°C	碰撞气：	氦气
加热模块温度：	400°C	扫描模式：	多反应监测 (MRM)
MRM 参数：	见表 2		

表 2 MRM 参数

中文名称	英文名	CAS 号	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
左旋咪唑	Levamisole	16595-80-5	205.1	178.0*	-10.0	-23.0	-19.0
				123.0	-11.0	-28.0	-22.0

\* 代表定量离子对。

## ■ 样品前处理

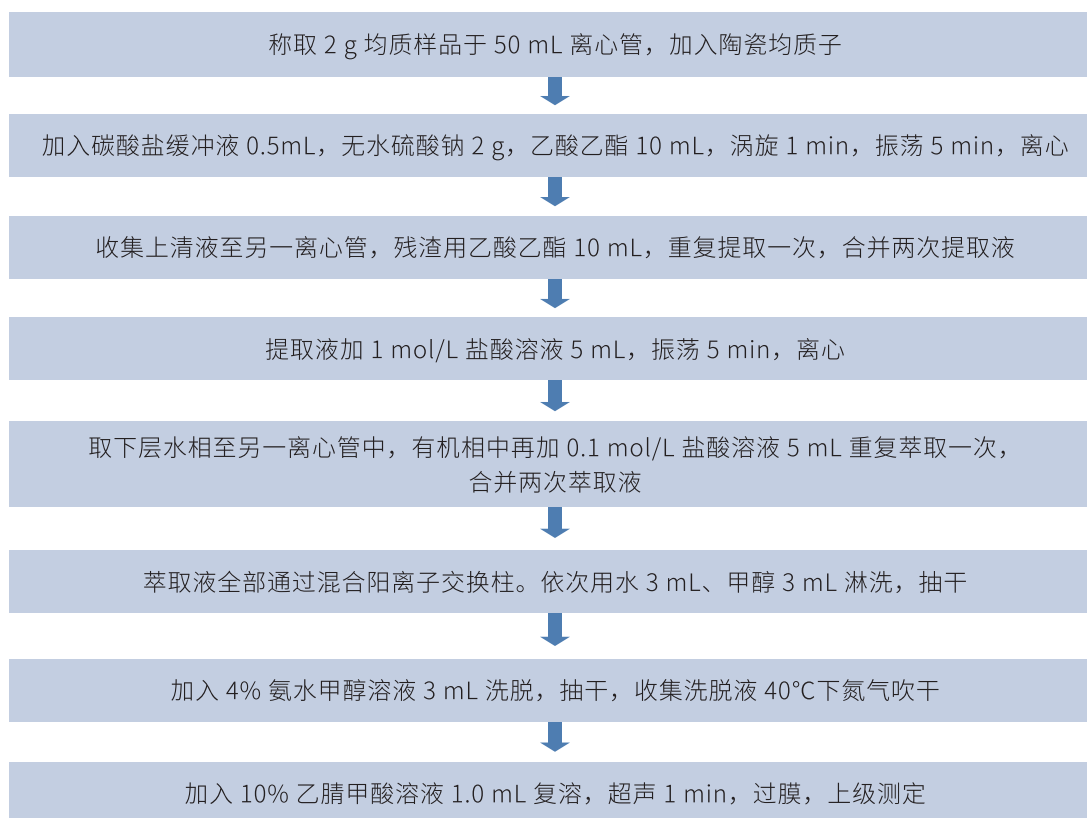


图 1 样品前处理步骤图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准溶液谱图

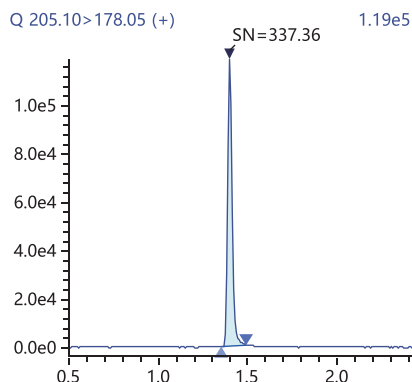


图2 猪肉基质匹配标准溶液 MRM 色谱图 (0.5 µg/L)

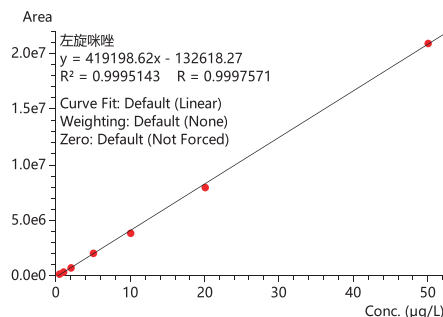


图3 校准曲线

### 3.2 校准曲线和灵敏度

分别配制 0.5、1、2、5、10、20、50 µg/L 的左旋咪唑猪肉基质匹配标准溶液，取 1 µL 进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做标准曲线，校准曲线如图 3 所示。根据 0.5 µg/L 基质标样数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限为 0.0044 µg/L，10 倍信噪比计算定量限为 0.0148 µg/L。

### 3.3 重复性实验

取 0.5、10 和 50 µg/L 左旋咪唑猪肉基质匹配标准溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

化合物	RSD% (0.5 µg/L)		RSD% (10 µg/L)		RSD% (40 µg/L)	
	R.T	Area	R.T	Area	R.T	Area
左旋咪唑	0.58	2.12	0.43	1.73	0.26	0.72

### 3.4 加标回收率

将猪肉空白样品进行低、中、高三档浓度水平加标，按照上述前处理方法处理后上机，每个水平重复测定 4 次，平均回收率在 79.7~92.7% 之间，具体结果见表 4。

表 4 添加回收率结果 (n=4)

名称	低浓度 (1 µg/kg)		中浓度 (5 µg/kg)		高浓度 (10 µg/kg)	
	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
左旋咪唑	92.7	7.10	85.7	2.00	79.7	6.16

## ■ 结论

本文参考标准方法 GB 31658.21-2022《食品安全国家标准 动物性食品中左旋咪唑残留量的测定 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仪检测动物性食品中左旋咪唑残留量的方法。在 0.5~50 µg/L 浓度范围内线性良好，相关系数 r 在 0.999 以上。加标浓度为 1、5 和 10 µg/kg 的样品，回收率在 79.7%~92.7% 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

