

# LC-MS/MS 法测定动物性食品中赛拉嗪及代谢物 2,6- 二甲基苯胺的残留量

LCMSMS-731

**摘要：**本文利用岛津公司 LCMS-8050 液相色谱 - 质谱联用仪，参考食品安全国家标准 GB 31658.15-2021《动物性食品中赛拉嗪及代谢物 2,6- 二甲基苯胺残留量的测定液相色谱图 - 串联质谱法》建立测定方法。该方法分析灵敏度高，赛拉嗪及代谢物 2,6- 二甲基苯胺的仪器定量限值分别为 0.04 和 0.12 ng/mL，大大低于标准限值；在 0.2-50 ng/mL 校准浓度范围内，线性关系良好，线性相关系数均大于 0.9990。在精密度上，赛拉嗪和 2,6- 二甲基苯胺的标准溶液连续进样 6 针的保留时间和峰面积的相对标准偏差均小于 0.07% 和 2.04%，加标回收率范围也分别在 105.4%~110.7% 和 78.50%~87.9% 之间，回收率高。该分析方法灵敏度高，准确可靠，可作为相关行业检测参考。

**关键词：**LCMS-8050 赛拉嗪 2,6- 二甲基苯胺 动物性食品

## 技术特点：

- ❖ 该方法分析灵敏度高，仪器定量限值低，灵敏度高于标准方法。
- ❖ 分析速度快，7 分钟完成分析，优于标准方法。

赛拉嗪 (Xylazine) 是一种高效的  $\alpha_2$ - 肾上腺素兴奋剂，可激发中枢神经  $\alpha_2$ - 肾上腺素受体，减少中枢神经系统中去甲肾上腺素和多巴胺的释放而起到镇静、肌肉松弛和痛感降低的作用，但同时会出现呼吸系统抑制、心动过缓和低血压等症状。因其良好的麻醉作用，赛拉嗪被广泛用于人，甚至猪、牛、羊等动物的镇静与镇痛药，在人或动物服用赛拉嗪后，会在体内吸收、代谢或快速分解，其中主要代谢物为 2,6- 二甲基苯胺 (2,6-Dimethylaniline, DMA)，因 DMA 具有基因毒性及

致癌作用，已被明禁限量使用。

在赛拉嗪测试方法上，有液相色谱法、气相色谱法、气质联用和液质联用法，但是赛拉嗪与其代谢物 DMA 一同测试的方法仅有液质联用法。

本文使用岛津 LCMS-8050 三重四极杆液质联用仪，参考食品安全国家标准 GB 31658.15-2021《动物性食品中赛拉嗪及代谢物 2,6- 二甲基苯胺残留量的测定 液相色谱图 - 串联质谱法》建立测定方法，供相关行业检测人员参考使用。

## ■ 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.5.99		

### 1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shim-pack GIST AQ-C18 (100 mm x 2.1 mm I.D., 1.9  $\mu$ m, 岛津 (上海) 实验器材有限公司, P/N:227-30807-02)

流动相：A-0.1% 甲酸水；B- 乙腈

进样体积 5  $\mu$ L 柱温：40 $^{\circ}$ C

流速 0.3 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 20%，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
3.10	泵	B Conc	60
3.20	泵	B Conc	90
4.20	泵	B Conc	90
4.30	泵	B Conc	20
7.00	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：	0.5 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：	150°C	碰撞气：	氩气
加热模块温度：	300°C	扫描模式：	多反应监测 (MRM)
MRM 参数：	见表 2		

表 2 MRM 优化参数

序号	中文名称	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias (V)	CE	Q3 Pre Bias (V)
1	赛拉嗪	221.15	90.10*	-11.0	-23.0	-10.0
			164.10	-11.0	-27.0	-29.0
2	2,6- 二甲基苯胺	122.15	105.10*	-14.0	-20.0	-11.0
			77.10	-13.0	-28.0	-30.0

\* 代表定量离子对。

## ■ 样品前处理

### 2.1 标液配制

储备溶液 (1 mg/mL): 分别精密称定赛拉嗪和 2,6- 二甲基苯胺固体粉末, 使用乙腈溶解于棕色瓶中, 配制成浓度为 1 mg/mL 的储备溶液, 置于 -18°C 保存备用。

校准曲线溶液配制: 使用乙腈溶剂, 分别取赛拉嗪和 2,6- 二甲基苯胺的储备溶液, 混合, 再稀释, 配制获得浓度分别为 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10、20 和 50 ng/mL 的系列标准工作液。

### 2.2 样品处理

提取: 首先将样本捣碎, 称取试样 5 g (准确至 ±1%) 于 50 mL 离心管中, 加无水硫酸钠 2 g、乙腈 10 mL, 涡旋混匀, 振荡 10 min, 4°C、10000 r/min 离心 10 min (脂肪试样加 5% 氨水乙腈溶液 10 mL, 于 4°C、8000 r/min 离心 10 min), 移取上清液。重复提取一次, 合并上清液。40°C 氮吹近干, 加 1.0 mL 乙腈溶解, 再次涡旋混匀备用。

净化: 取备用液, 加乙腈饱和的正己烷 0.5 mL, 涡旋混匀, 4°C、10000 r/min 离心 5 min, 取下层溶液 200 μL, 于 5 mL 离心管中, 加水 800 μL, 涡旋混匀, 4°C、10000 r/min 离心 5 min, 取溶液, 0.22 μm 滤膜过滤, 供测定。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 MRM 色谱图

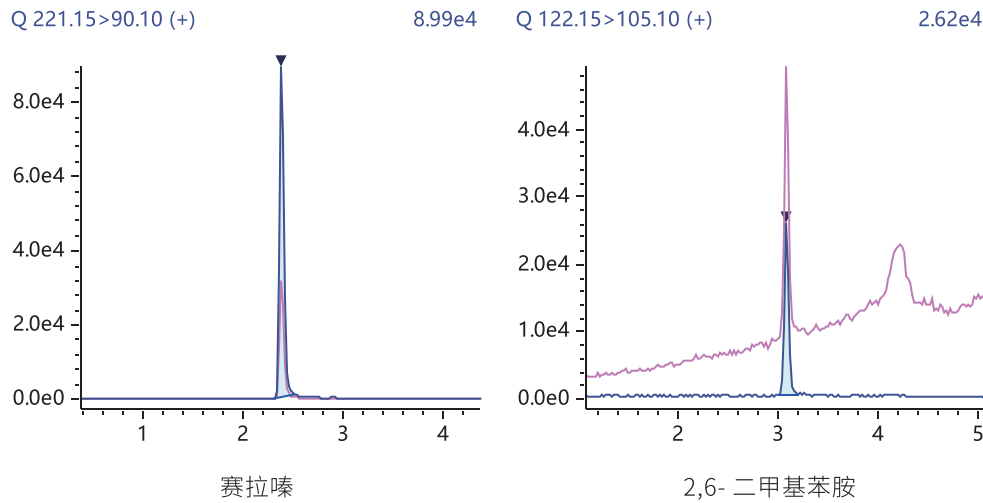


图1 标准品溶液 MRM 色谱图 (0.5 ng/mL)

### 3.2 校准曲线

对校准曲线溶液按 1.2 条件进行分析，外标法制作校准曲线。赛拉嗪和 2,6-二甲基苯胺在校准曲线浓度范围内线性良好，相关系数分别为 0.9996 和 0.9992，准确度分别在 96.3%~103.4% 和 96.0%~105.7% 之间。根据 S/N=10 计算定量限（ASTM 法），赛拉嗪和 2,6-二甲基苯胺的定量限分别为 0.04 ng/mL 和 0.12 ng/mL。具体结果见图 2 及表 3。

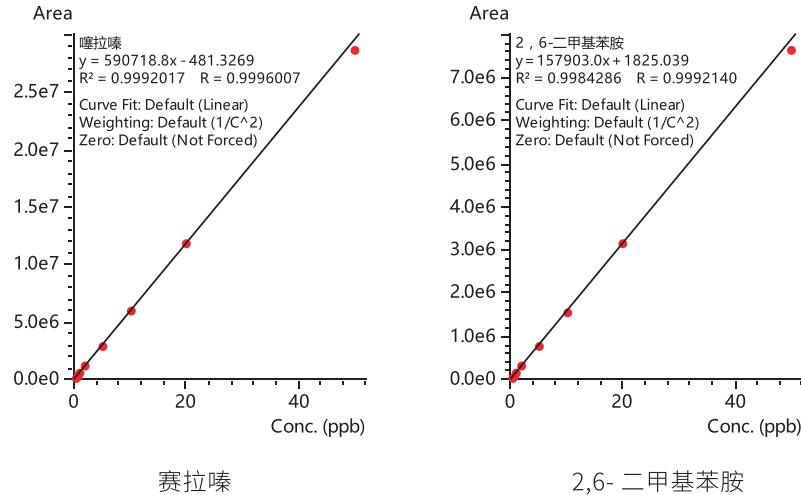


图2 校准曲线 (权重 1/c<sup>2</sup>)

表3 相关系数及检出限

编号	中文名称	线性范围 (ng/mL)	相关系数 r	准确度 (%)	定量限 (ng/mL)
1	赛拉嗪	0.5~50.0	0.9996	96.3~103.4	0.04
2	2,6-二甲基苯胺	0.5~50.0	0.9992	96.0~105.7	0.12

### 3.3 重复性实验

分别取三个不同浓度的标准工作溶液连续平行测定 6 次，考察仪器精密度。结果显示，赛拉嗪和 2,6- 二甲基苯胺保留时间的相对标准偏差分别在 0.06%~0.14% 和 0.04%~0.07% 之间，峰面积的相对标准偏差分别在 0.44%~1.31% 和 1.11%~2.04% 之间，仪器精密度良好 ( 见表 4)。

表 4 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

编号	中文名称	0.2 ng/L (RSD%)		0.5 ng/L (RSD%)		20 ng/L (RSD%)	
		R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
1	赛拉嗪	0.06	1.31	0.06	0.84	0.14	0.44
2	2,6- 二甲基苯胺	0.04	1.54	0.05	2.04	0.07	1.11

### 3.4 加标回收率

按照 1.2 分析条件和 2.2 前处理条件，对猪肉的实际样品与样品加标进行前处理。根据标准限值要求，选择 3 个加标浓度 ( 溶液浓度分别为 0.2 ng/mL、1.0 ng/mL 和 5.0 ng/mL ) ，每个浓度平行测试 3 个。猪肉样本未检出，赛拉嗪和 2,6- 二甲基苯胺的平均回收率范围分别在 105.4%~110.7% 和 78.50%~87.9% 之间。具体结果图 3-4 和表 5。

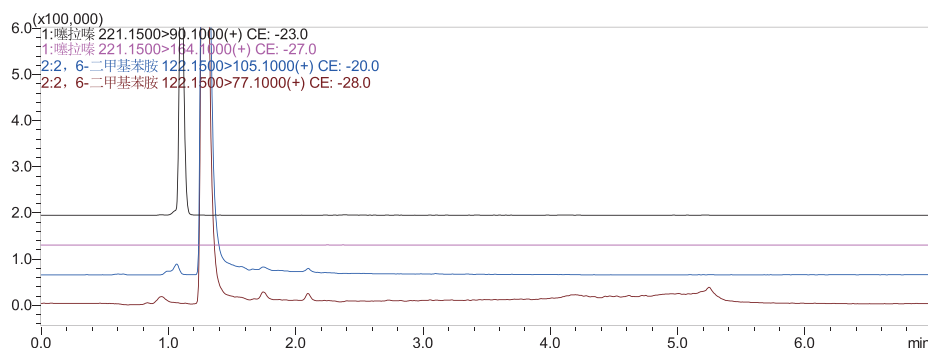


图 3 猪肉样品的色谱图 (未检出)

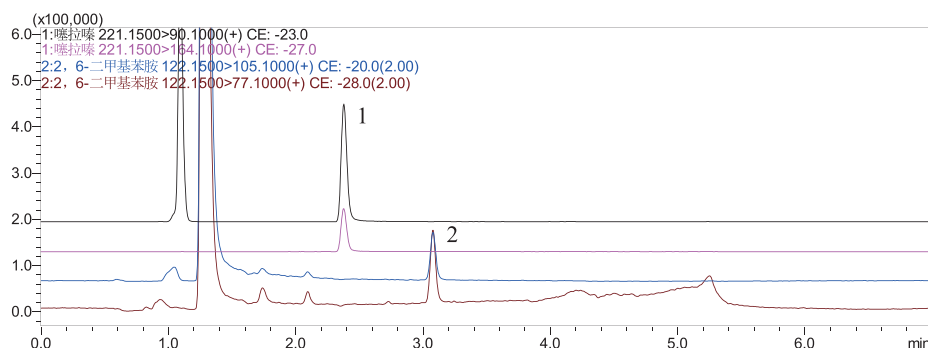


图 4 1.0 ng/mL 加标样品的色谱图

表 5 各组分添加回收率结果

编号	化合物名称	平均回收率 (%)		
		加标浓度 0.2 ng/mL	加标浓度 1.0 ng/mL	加标浓度 5.0 ng/mL
1	赛拉嗪	105.4	108.3	110.7
2	2,6- 二甲基苯胺	78.5	84.2	87.9

## ■ 结论

本文参考标准方法 GB 31658.15-2021《动物性食品中赛拉嗪及代谢物 2,6- 二甲基苯胺残留量的测定 液相色谱图 - 串联质谱法》，采用岛津 LCMS-8050 三重四极杆液质联用仪，建立检测猪肉中赛拉嗪和 2,6- 二甲基苯胺的分析方法。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

