

# LC-MS/MS 法测定猪肉中甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶残留量

## LCMSMS-1019

**摘要：** 本文建立了使用岛津超高效液相色谱三重四极杆质谱联用仪测定猪肉中甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶残留量的方法。甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶在 1 ~ 250 ng/mL 浓度范围内线性良好，相关系数  $r$  在 0.995 以上。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 0.04%~0.94% 和 0.89%~2.69% 之间，仪器精密度良好。加标浓度为 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品，平均回收率 ( $n=3$ ) 在 97.86-108.86% 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甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶残留量的准确检测。

**关键词：** 三重四极杆液质联用仪 猪肉 甲氧苄啶 二甲氧苄啶 二甲氧甲基苄啶

### 技术特点：

- ❖ 相较于《食品安全国家标准 动物性食品中甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶残留量》报批稿，本方法具有更宽的线性范围；
- ❖ 方法灵敏度高，小进样量时也可优于标准对定量限的要求，同时降低系统污染的风险。

甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶，作为广谱抗菌药物及增效剂，常按特定比例与磺胺类药物搭配使用，以显著增强抗菌效果。以二甲氧苄啶为例，将其与磺胺类药物配伍后添加至配合饲料中，可用于治疗猪肠道感染，以及鸡球虫病的防治。

本文参照《食品安全国家标准 动物性食品中甲

氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶残留量的测定液相色谱 - 串联质谱法》报批稿，建立了使用岛津三重四极杆液质联用仪测定猪肉中甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶的方法。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甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶的准确检测。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40B X3 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。具体配置为：

系统控制器：	CBM-40	自动进样器：	SIL-40C X3
输液泵：	LC-40B X3 ×2	质谱仪：	LCMS-8045
柱温箱：	CTO-40S	色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.99 SP2

### 1.2 分析条件

#### 液相条件

色谱柱：Shim-pack GISS C18 (50 mm×2.1 mm I.D., 1.9  $\mu\text{m}$ )  
(岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 227-30048-01)

流动相：A相 -0.1% 甲酸水溶液, B相 -0.1% 甲酸乙腈溶液

柱温：40°C 流速：0.4 mL/min

洗脱方式：梯度洗脱, 初始浓度为 B相 10%, 进样体积：1  $\mu\text{L}$

时间程序见表 1

表 1 梯度洗脱程序

Time	Module	Command	Value
2.00	Pumps	Pump B Conc.	10
2.50	Pumps	Pump B Conc.	90
4.00	Pumps	Pump B Conc.	90
4.10	Pumps	Pump B Conc.	10
5.50	Controller	Stop	

质谱条件

离子源：ESI, 正离子模式	DL 管温度：250°C
接口电压：3 kV	加热模块温度：400°C
雾化气：氮气 3.0 L/min	接口温度：300°C
干燥气：氮气 10 L/min	扫描模式：多反应监测 (MRM)
加热气：空气 10 L/min	MRM 参数：见表 2
碰撞气：氩气 (230 kPa)	

表 2 MRM 参数

#	名称	CAS No.	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bais(V)	CE(V)	Q3 Pre Bais(V)
1	甲氧苄啶 (TMP)	738-70-5	291.20	230.05*	-21.0	-23.0	-23.0
			291.20	123.10	-11.0	-25.0	-11.0
2	二甲氧苄啶 (DVD)	5355-16-8	261.10	245.05*	-19.0	-26.0	-26.0
			261.10	123.05	-19.0	-23.0	-22.0
3	二甲氧甲基苄啶 (OMP)	6981-18-6	275.20	259.10*	-21.0	-26.0	-26.0
			275.20	123.10	-20.0	-24.0	-22.0
4	TMP-D9	/	300.20	234.10	-23.0	-26.0	-24.0
5	DVD-D6	/	267.20	247.05	-20.0	-30.0	-20.0

\* 表示定量离子

## ■ 样品前处理

参考《食品安全国家标准 动物性食品中甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》报批稿中 8.1 和 8.2 样品提取与净化的方法。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶标准溶液谱图

图 1 为 1 ng/mL 甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶的 MRM 色谱图，色谱峰分离良好，通道无干扰。

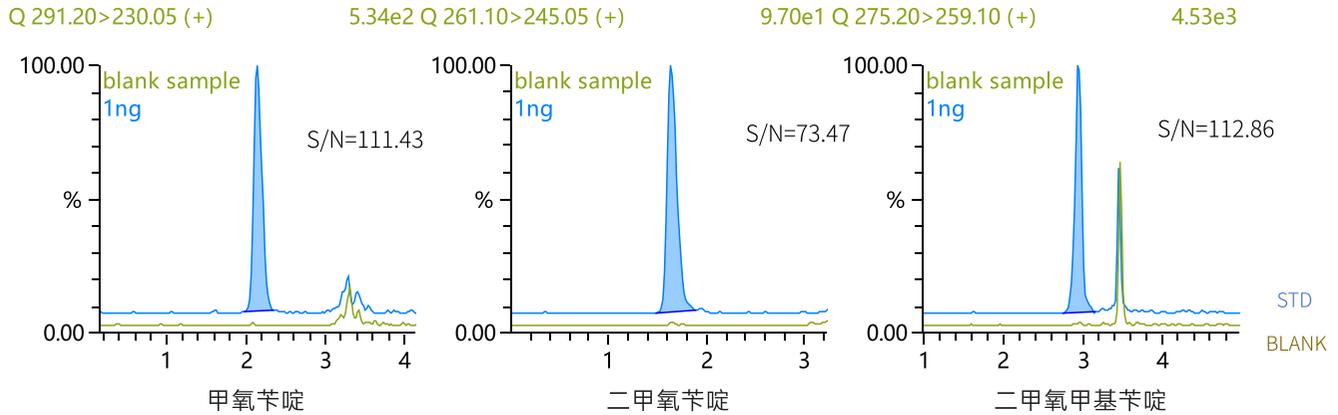


图 1 甲氧苄胺、二甲氧苄胺和二甲氧甲基苄胺标准溶液质量色谱图

### 3.2 校准曲线和检出限

精密量取甲氧苄胺、二甲氧苄胺和二甲氧甲基苄胺标准溶液适量，用 20% 乙腈水溶液稀释成含甲氧苄胺、二甲氧苄胺和二甲氧甲基苄胺浓度分别为 1、2、5、10、50、100 和 250 ng/mL 的标准溶液，以特征离子峰面积比值为纵坐标，对应浓度比值为横坐标，绘制校准曲线如图 2 所示。根据 1 ng/mL 标样数据，以 3.3 倍信噪比计算甲氧苄胺、二甲氧苄胺和二甲氧甲基苄胺的检出限，检出限以及线性相关系数如表 3 所示。

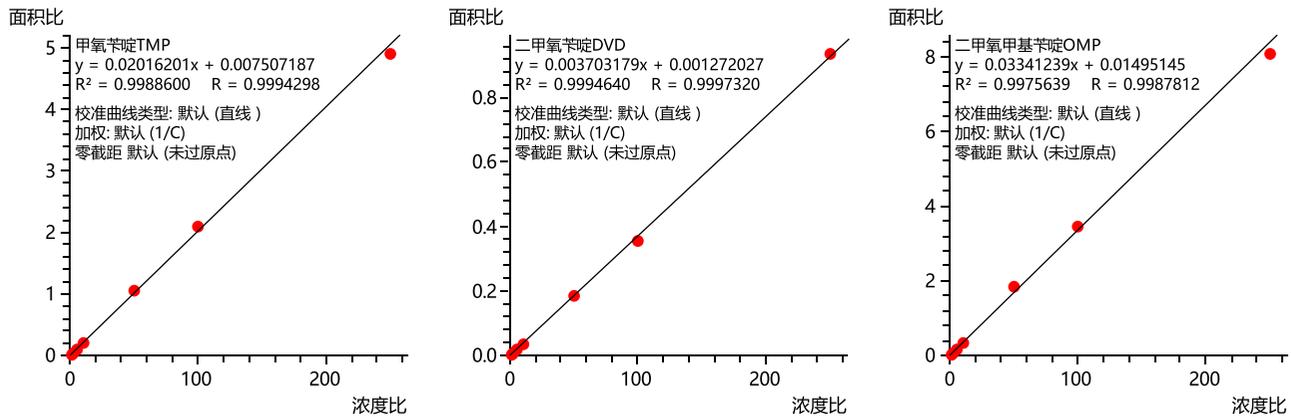


图 2 甲氧苄胺、二甲氧苄胺和二甲氧甲基苄胺标准曲线

表 3 甲氧苄胺、二甲氧苄胺和二甲氧甲基苄胺校准曲线及检出限

#	化合物	校准曲线	相关系数 R	准确度 %	检出限 (µg/kg)
1	甲氧苄胺	$Y=(0.0201)X-(0.0075)$	0.9994	95.8~105.3	0.029
2	二甲氧苄胺	$Y=(0.0037)X-(0.0012)$	0.9997	93.8~108.2	0.044
3	二甲氧甲基苄胺	$Y=(0.0334)X-(0.0149)$	0.9987	88.6~104.9	0.029

### 3.3 重复性实验

取 2、10 和 100 ng/mL 标准品溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，结果见表 4。

表4 甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

#	化合物	RSD% (2 ng/mL)		RSD% (10 ng/mL)		RSD% (100 ng/mL)	
		R.T	Area	R.T	Area	R.T	Area
1	甲氧苄啶	0.37	2.50	0.08	2.66	0.80	1.81
2	二甲氧苄啶	0.31	2.66	0.06	0.89	0.94	1.57
3	二甲氧甲基苄啶	0.16	1.68	0.04	2.69	0.28	1.86

### 3.4 加标回收率

取空白猪肉 2 g, 加入甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶工作液, 使加标浓度为 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 样品经提取及净化后, 按照 1.2 中的分析条件测定甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶的加标回收率, 平行测定 3 次。甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶的平均回收率在 97.86-108.86% 之间, 具体结果见表 5。

表5 甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶回收率结果 (n=3)

#	化合物	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 %	平均回收率 %	回收率 RSD(%)
1	甲氧苄啶	5	4.979	99.58	99.04	3.86
			4.749	94.98		
			5.127	102.54		
2	二甲氧苄啶	5	5.521	110.42	108.86	1.31
			5.427	108.54		
			5.381	107.62		
3	二甲氧甲基苄啶	5	4.911	98.22	97.86	2.58
			4.759	95.18		
			5.010	100.2		

## ■ 结论

依据国家标准《食品安全国家标准 动物性食品中甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》报批稿, 建立了使用岛津三重四极杆液质联用仪测定猪肉中甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶残留量的方法, 可用于动物性食品中甲氧苄啶、二甲氧苄啶和二甲氧甲基苄啶的准确检测。

岛津应用云

