

# 超高效液相色谱三重四极杆质谱联用法 测定动物性食品中氨苯砒的残留量

## LCMSMS-145

**摘要：**本文建立了使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8040 联用测定动物性食品中氨苯砒残留量的方法。猪肉中残留的氨苯砒经乙腈萃取，正己烷除脂，MCX 柱净化后，液相色谱 – 串联质谱测定，外标法定量。样品在 0.5~20 μg/L 浓度范围内线性关系良好；对 1 ng/mL 标准溶液连续 6 次进样，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.31 % 和 1.81 %。在猪肉中加标浓度为 1 μg/kg 和 2.5 μg/kg 时，平均回收率分别为 96.6 % 和 95.7 %。

**关键词：**氨苯砒 超高效液相色谱仪 三重四极杆质谱仪

氨苯砒 (Dapsone) 为砒类抑菌剂，对麻风杆菌有较弱的抑菌作用，是治疗各类麻风病的首选药，大剂量使用时显示杀菌作用。由于其与磺胺类药物具有协同增效作用，在动物和水产养殖中曾作为磺胺增效剂使用。然而氨苯砒毒性较大，易发生溶血性贫血与发绀，并可出现高铁血红蛋白血症、肝肾功能损害和精神障碍，我

国农业部 193 号公告明确规定禁止以任何用途将氨苯砒用于食品动物；欧盟 2377 /90 也明确规定氨苯砒为禁用药物。

本文建立了 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8040 联用测定动物性食品中氨苯砒的方法。该方法具有操作简单、快速、可靠、准确等特点。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8040 联用系统。具体配置为 LC-30AD×2 输液泵，DGU-20A<sub>5</sub> 在线脱气机，SIL-30AC 自动进样器，CTO-30A 柱温箱，CBM-20A 系统控制器，LCMS-8040 三重四极杆质谱仪，LabSolutions Ver. 5.53 色谱工作站。

### 1.2 分析条件

液相色谱条件

分析仪器：LC-30A 系统

色谱柱：Shimadzu Shim-pack XR-ODS

( 3.0 mm I.D.× 75 mm L., 2.2 μm )

流动相：5 mmol/L 乙酸铵：乙腈 =50：50 ( V/V )；

流速：0.3 mL/min

进样体积：20 μL

柱温：40℃

洗脱方式：等度洗脱

质谱条件

分析仪器：LCMS-8040

离子源：ESI，正离子扫描

离子源接口电压：-3.5 kV

雾化气：氮气 3.0 L/min

干燥气：氮气 15 L/min

碰撞气：氩气

脱溶剂管温度：250℃

加热模块温度：450℃

扫描模式：多反应监测 ( MRM )

驻留时间：150 ms

MRM 参数：见表 1

表 1 MRM 参数

编号	英文名称	缩写	化合物名称	CAS No.	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bais(V)	CE (V)	Q3 Pre Bais(V)
1	4,4'-Diaminodiphenylsulfone	Dapsone	氨苯砒	80-08-0	249.1	92.1* 108.1	-13.0 -13.0	-24.0 -21.0	-18.0 -20.0

\*表示定量离子

### 1.3 样品前处理方法

称取试料 (2±0.05) g, 于离心管中, 加乙腈 10 mL, 漩涡混合 2 min, 加正己烷 5 mL, 漩涡混合 1 min, 超声 5 min, 5000 r/min 离心 10 min, 弃上层正己烷液。取乙腈液于另一离心管中, 加 1 mol/L 盐酸溶液 10 mL, 漩涡混匀, 备用。MCX 柱依次用甲醇 5 mL 和水 5 mL 活化, 取备用液过柱, 控制流速小于 1 mL/min, 用 0.1 mol/L 盐酸溶液 5 mL 和甲醇 5 mL 淋洗, 抽干, 用 5% 氯化乙腈 5 mL 洗脱, 于 40°C 水浴氮气吹干, 用流动相 1.0 mL 溶解残余物, 漩涡混匀, 供液相色谱 - 串联质谱测定。

## 结果讨论

### 2.1 标准样品的 MRM 色谱图

1 ng/mL 标准样品的 MRM 色谱图如图 1 所示。

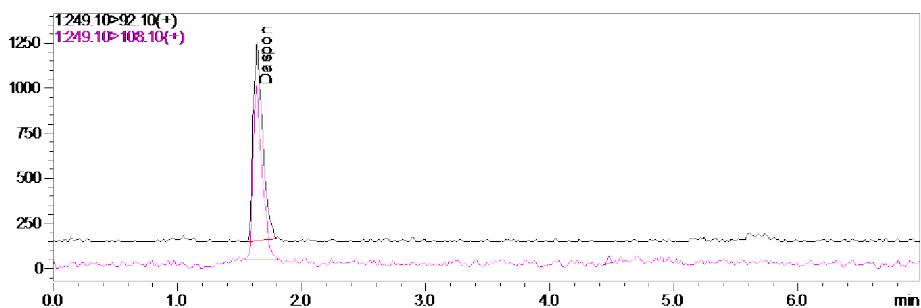


图 1 标准样品的 MRM 图

### 2.2 线性关系

配制 6 个不同浓度的标准溶液, 氨苯砜的浓度分别为 0.5、1、2、5、10 和 20 μg/L, 以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标制作外标法标准曲线, 具体见图 2。氨苯砜在检测浓度范围内线性关系良好。线性方程、相关系数及由软件计算得检出限和定量限见表 2。

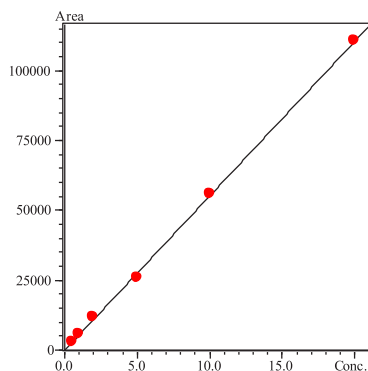


图 2 氨苯砜的标准工作曲线

表 2 校准曲线参数

No.	名称	校准曲线	相关系数 $r^2$	检出限(ng/mL)	定量限 (ng/mL)
1	氨苯砜	$Y=(5528.91)X + (-121.327)$	0.9995	0.16	0.49

### 2.3 精密度实验

对 1 ng/mL 标准溶液连续 6 次进样, 保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.31% 和 1.81%, 仪器精密度良好。

表 3 保留时间和峰面积重复性结果 (n= 6)

ID	Ret.Time (min)	Area
1	1.632	5,323
2	1.629	5,358
3	1.639	5,304
4	1.632	5,255
5	1.641	5,537
6	1.639	5,342
RSD%	0.31	1.81

#### 2.4 回收率考察

在猪肉中加入标准溶液，氨苯砷的加标浓度为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和 2.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，按 1.3 前处理方法进行处理，得到空白猪肉及加标样品色谱图如图 3~4 所示。各浓度平行处理 3 次，加标浓度为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  样品的平均回收率为 96.6%，加标浓度为 2.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  样品的平均回收率为 95.7%。

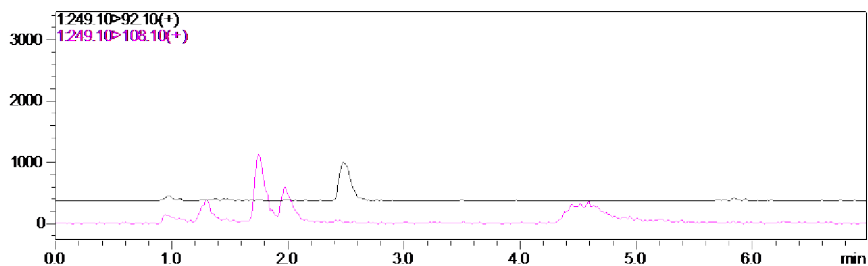


图 3 空白猪肉 MRM 图

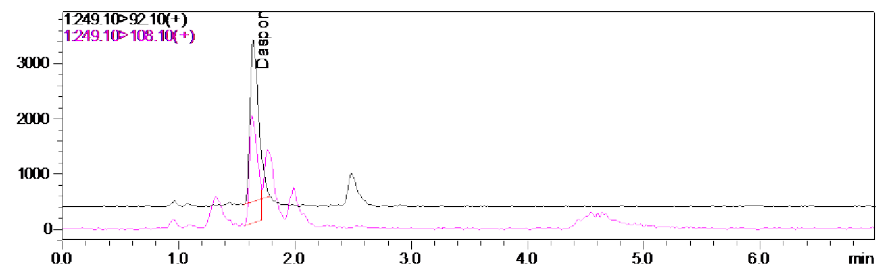


图 4 猪肉加标 MRM 图 (加标浓度: 2.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

#### 2.5 实际样品分析

分析市场中猪肉中氨苯砷的含量，未检出氨苯砷。

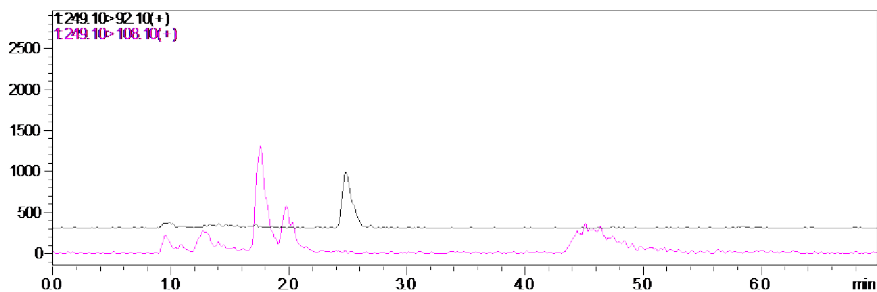


图 5 市场中猪肉 MRM 图

## ■ 结论

建立了使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8040 联用测定猪肉中氨苯砒残留的方法。氨苯砒在 0.5~20 ng/mL 浓度范围内线性关系良好；对标准溶液连续 6 次进样，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.31 % 和 1.81 %，仪器精密度良好；猪肉在加标浓度为 1 和 2.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  时，平均回收率分别为 96.6 % 和 95.7 %，可准确用于动物性食品中氨苯砒残留的检测。