

# LC-MS/MS 测定绵羊可食性组织中莫奈太 尔砒残留量

LCMSMS-856

**摘要：**依据中华人民共和国农业农村部公告第 355 号中《绵羊可食性组织中莫奈太尔砒残留量的测定 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绵羊可食性组织中莫奈太尔砒残留量的方法。采用外标法建立绵羊肉、绵羊肝和绵羊脂肪 3 种不同基质匹配校准曲线，线性范围在 0.2~10  $\mu\text{g/L}$  间，相关系数  $r$  均  $> 0.999$ 。在上述 3 种空白基质中添加 100、200、1000  $\mu\text{g/kg}$  三个浓度标样，回收率在 77.7~84.8% 之间，RSD 在 4.81~10.1% 之间。该分析方法灵敏度高，重复性好，准确度高，稳定可靠，可用于绵羊可食性组织中莫奈太尔砒的快速检测。

**关键词：**三重四极杆液质联用仪 绵羊可食性组织 莫奈太尔砒

## 技术特点：

- ❖ 优化流动相体系，莫奈太尔砒灵敏度高于标准要求。
- ❖ 考察了 3 种绵羊可食组织的方法适用性，稳定性和准确性均良好。

莫奈太尔是一种新型氨基乙腈衍生物类驱虫药，其良好的抗虫效果在兽医临床上得到了肯定，国外已有大量研究表明该药具有较好的驱虫效果。研究发现，莫奈太尔经口给药后，在动物体内被吸收并快速氧化为亚砒，亚砒又进一步氧化为砒。我国 GB 31650.1-2022《食品安全国家标准 食品中 41 种兽药最大残留限量》规定：莫奈太尔的标志残留物为莫奈太尔砒，其在绵羊肌肉中的最大残留限量为 500  $\mu\text{g/kg}$ ，在绵

羊肝脏中的最大残留限量为 7000  $\mu\text{g/kg}$ ，在绵羊脂肪中的最大残留限量为 13000  $\mu\text{g/kg}$ 。

本文参考中华人民共和国农业农村部公告 第 355 号中《绵羊可食性组织中莫奈太尔砒残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》，使用岛津三重四极杆液质联用仪，建立了绵羊可食性组织中莫奈太尔砒残留量的检测方法，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 $\times$ 2	柱温箱：	CTO-20AC
自动进样器：	SIL-30AC	色谱工作站：	Labsolutions Ver. 5.118

### 1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：	Shim-pack GIST C18-AQ HP(50 mm $\times$ 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-2 mmol/L 甲酸铵溶液; B- 甲醇		
进样体积：	3 $\mu\text{L}$	柱温：	40 $^{\circ}\text{C}$
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 15%，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
0.20	泵	B Conc	15
1.50	泵	B Conc	100
2.00	泵	B Conc	100
2.10	泵	B Conc	15
4.00	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 : -3 kV	干燥气流速 : 10.0 L/min
接口温度 : 350°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)

表 2 MRM 参数

中文名称	英文名称	CAS 号	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
莫奈太尔砜	Monepantel Sulfone	851976-52-8	504.00	166.10 186.10*	34.0 20.0	47.0 20.0	15.0 17.0

\* 代表定量离子对

■ 样品前处理

称取试料 2 g, 于 50 mL 离心管中, 加乙腈 20 mL, 350 r/min 振荡 10 min, 超声 10 min, 10000 r/min 离心 5 min, 取上清液, 备用



精密量取提取液 50 μL, 加入稀释液 950 μL, 混匀, 经 0.2 μm 滤膜过滤, 上机测定。

图 1 样品前处理步骤图

■ 结果与讨论

3.1 标准样品谱图

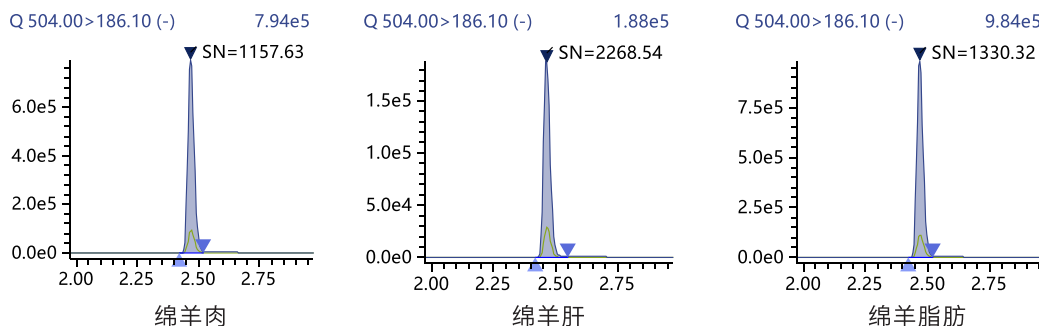


图 2 不同绵羊组织中莫奈太尔砜 MRM 色谱图 (0.2 μg/L)

### 3.2 校准曲线和灵敏度

配制 0.2、1、2、5、10  $\mu\text{g/L}$  的系列基质匹配标准工作液，以定量离子峰面积为纵坐标，浓度比为横坐标，绘制校准曲线。根据 0.2  $\mu\text{g/L}$  标样数据，以 3 倍信噪比、10 倍信噪比计算检出限、定量限，结果如表 3 所示。

表 3 不同基质中莫奈太尔砜相关系数和灵敏度

No.	基质名称	回归方程	相关系数 r	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	定量限 ( $\mu\text{g/L}$ )
1	绵羊肉	$Y=1928710X+48537$	0.9999	0.000518	0.001728
2	绵羊肝	$Y=801032X-46207$	0.9999	0.000264	0.000882
3	绵羊脂肪	$Y=1994830X+93521$	0.9996	0.000451	0.001503

### 3.3 重复性实验

取 0.2、2 和 10  $\mu\text{g/L}$  标准工作液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果如表 4 所示：莫奈太尔砜的保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.06~0.18% 和 0.43~8.36% 之间。

表 4 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

化合物	RSD% (0.2 $\mu\text{g/L}$ )		RSD% (2 $\mu\text{g/L}$ )		RSD% (10 $\mu\text{g/L}$ )	
	R.T	Area	R.T	Area	R.T	Area
莫奈太尔砜	0.18	8.36	0.13	1.01	0.06	0.43

### 3.4 加标回收率

将绵羊肉、绵羊肝和绵羊脂肪空白样品进行 100、200、1000  $\mu\text{g/kg}$  三个浓度水平加标，按照前处理方法处理后上机，每个水平重复测定 6 次，结果如表 5 所示：平均回收率在 77.7~84.8% 之间，RSD 在 4.81~10.1% 之间。

表 5 添加回收率结果 (n=6)

序号	化合物	低浓度 (100 $\mu\text{g/kg}$ )		中浓度 (200 $\mu\text{g/kg}$ )		高浓度 (1000 $\mu\text{g/kg}$ )	
		平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	绵羊肉	78.4	10.1	77.7	4.81	84.8	7.11
2	绵羊肝	83.6	5.70	80.4	6.37	81.3	6.69
3	绵羊脂肪	80.8	8.28	82.4	7.00	79.1	4.90

## ■ 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绵羊组织中莫奈太尔砜残留量的方法。在线性范围在 0.2~10  $\mu\text{g/L}$  间，绵羊肉、绵羊肝和绵羊脂肪 3 种不同基质校准曲线相关系数 r 均 > 0.999。在 0.2、2 和 10  $\mu\text{g/L}$  三个浓度下，连续 6 针进样，化合物的保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.06~0.18% 和 0.43~8.36% 之间，仪器精密密度良好。在上述 3 种空白基质中添加 100、200、1000  $\mu\text{g/kg}$  三个浓度标样，回收率在 77.7~84.8% 之间，RSD 在 4.81~10.1%。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

