

LC-MS/MS 检测牛肉中吡利霉素残留量

LCMSMS-828

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牛肉中吡利霉素残留量的方法。吡利霉素在 1.0 ~400.0 ng/mL 浓度范围内线性良好，相关系数 r 在 0.999 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 0.07%~0.13% 和 1.15%~2.09% 之间，仪器精密度良好。加标浓度为 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的样品，平均回收率 ($n=3$) 为 85.22%。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于牛可食性组织中吡利霉素的准确检测。

关键词：三重四极杆液质联用仪 牛肉 吡利霉素

技术特点：

- ❖ 满足 GB 31613.4-2022 食品安全国家标准要求，灵敏度更高；
- ❖ 5 min 完成一针分析，简单快速。

吡利霉素是一种林可酰胺类抗生素药物，常用作奶牛的乳腺炎治疗药物，对金黄色葡萄球菌、无乳链球菌等治疗效果明显由于其他抗乳腺炎药物。《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，吡利霉素在牛肌肉、脂肪组织中残留限量不得超过 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

本文参照国家标准《GB 31613.4-2022 食品安全国家标准 牛可食性组织中吡利霉素残留量的测定 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测定牛肉中吡利霉素的方法。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于牛可食性组织中吡利霉素的准确检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 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 Velox PFPP (100 mm×2.1 mm I.D., 2.7 μm , SGLC, P/N: 227-32021-03)		
流动相：	A 相 -0.1% 甲酸溶液, B 相 -0.1% 甲酸乙腈溶液		
柱温：	40°C	流速：	0.3 mL/min
洗脱方式：	梯度洗脱, 初始浓度为 B 相 10%, 进样体积：2 μL 时间程序见表 1		

表1 梯度洗脱程序

Time	Module	Command	Value
0.50	Pumps	Pump B Conc.	10
2.00	Pumps	Pump B Conc.	90
2.70	Pumps	Pump B Conc.	90
2.80	Pumps	Pump B Conc.	10
5.00	Controller	Stop	

质谱条件:

离子源	: ESI, 正离子模式	DL管温度	: 250℃
接口电压	: 4 kV	加热模块温度	: 400℃
雾化气	: 氮气 3.0 L/min	接口温度	: 300℃
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 (230kPa)		

表2 MRM参数

名称	化学分子式	CAS No.	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bais(V)	CE(V)	Q3 Pre Bais(V)
吡利霉素	C ₁₇ H ₃₁ ClN ₂ O ₅ S	79548-73-5	411.30	112.15*	-15.0	-26.0	-21.0
				363.25	-15.0	-18.0	-12.0

* 表示定量离子

■ 样品前处理

参考《GB 31613.4-2022 食品安全国家标准 牛可食性组织中吡利霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》中 7.1 和 7.2 样品提取与净化的方法。

■ 结果与讨论

3.1 吡利霉素标准溶液谱图

图1 为 1 ng/mL 吡利霉素的标准溶液 MRM 色谱图，色谱峰分离良好，通道无干扰。

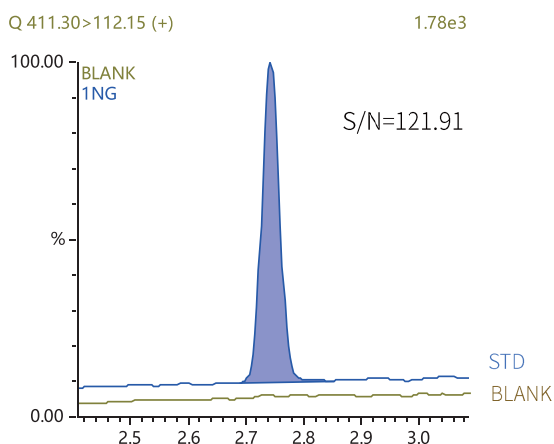


图1 吡利霉素标准溶液质量色谱图

3.2 校准曲线和检出限

精密量取吡利霉素标准溶液适量，用提取净化后的空白试样溶液稀释成含吡利霉素浓度分别为 1、2、5、10、100 和 400 ng/mL 的基质匹配系列标准溶液，以特征离子峰面积为纵坐标，基质匹配标准溶液浓度为横坐标，绘制校准曲线如图 2 所示。根据 1 ng/mL 标样数据，以 3.3 倍信噪比计算吡利霉素的检出限，检出限以及线性相关系数如表 3 所示。

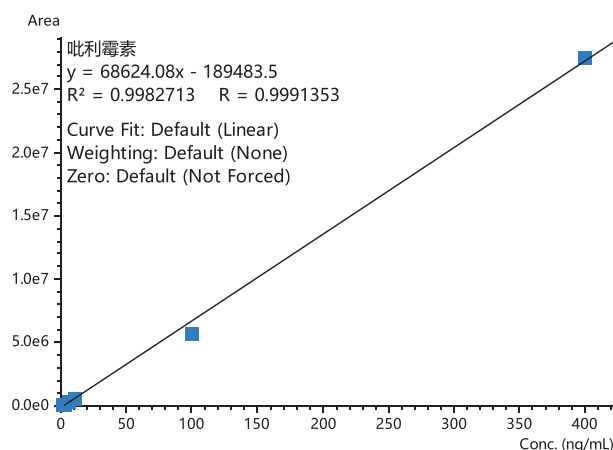


图 2 吡利霉素标准曲线

表 3 吡利霉素校准曲线及检出限

化合物	校准曲线	相关系数 R	准确度 %	检出限 (µg/kg)
吡利霉素	$Y=(68624.08)X-(189483.5)$	0.9991	87.0~103.4	0.162

3.3 重复性实验

取 1、5 和 100 ng/mL 标准品溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果见表 4。

表 4 吡利霉素保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

化合物	RSD% (1 ng/mL)		RSD% (5 ng/mL)		RSD% (100 ng/mL)	
	R.T	Area	R.T	Area	R.T	Area
吡利霉素	0.07	2.09	0.09	1.67	0.13	1.15

3.4 加标回收率

取空白牛肉 2 g，加入吡利霉素工作液，使加标浓度为 20 µg/kg，样品经提取及净化后，按照 1.2 中的分析条件测定吡利霉素的加标回收率，平行测定 3 次。吡利霉素的平均回收率为 85.22%，具体结果见表 5。

表 5 吡利霉素回收率结果 (n=3)

化合物	加标量 (µg/kg)	测定量 (µg/kg)	回收率 %	平均回收率 %	回收率 RSD(%)
吡利霉素	20	17.11	85.55	85.22	0.74
		17.12	85.60		
		16.89	84.48		

■ 结论

依据国家标准《GB 31613.4-2022 食品安全国家标准 牛可食性组织中吡利霉素残留量的测定 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测定牛肉中吡利霉素的方法。吡利霉素在 1 ng/mL~400 ng/mL 浓度范围内线性良好，相关系数 r 在 0.999 以上。加标浓度为 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的样品，平均回收率 ($n=3$) 为 85.22%。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于牛可食性组织中吡利霉素的准确检测。

岛津应用云

