LCMS-8065XE 测定瘦肉中多兽残的长期稳定性考察

LCMSMS-1113

摘要： 使用岛津 LCMS-8065XE 三重四极杆液质联用系统，测定瘦肉基质样品中磺胺类、苯并咪唑类、解热镇痛类、大环内脂类等 78 种兽残化合物，开展连续 10 天、累计 600 针的基质加标样品测试，考察其长期稳定性。5.0 ng/mL 加标浓度下的 600 针保留时间和峰面积相对标准偏差 RSD 分别在 0.05%~0.45% 和 9.81%-17.72% 之间，峰面积批内（10 针）RSD 在 0.74%-4.95% 之间，日内（60 针）RSD 在 1.73%-11.80% 之间，日间（120 针）RSD 在 2.28%-13.41% 之间，测试结果表明仪器及方法长期稳定性良好。

关键词： 瘦肉　多兽残　LCMS-8065XE　长期稳定性

技术特点：

❖ 连续 10 天，600 针多兽残基质加标样品测试，结果表明该系统长期稳定性优异。

动物源性食品中的兽药残留管控，是食品安全监管的核心环节。我国以《GB 31650 食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》为核心依据，明确了不同类别兽药在对应组织中的最大允许浓度，如猪肉中 β- 激动剂类“瘦肉精”等违禁物质采用“零容忍”原则，一旦检出即判定违规。

当前兽残检测主要采用超高效液相色谱 - 串联质谱法，依托 Qu-EChERS 等高效前处理方法，可同步完成多类兽药的定性定量分析，基本满足国标对检出限要求。除了灵敏度外，测试结果稳定性也是实验室质控的核心难点。

本文依托岛津 LCMS-8065XE 液质联用系统，参照 GB 31658.17-2026 标准前处理方法，完成瘦肉基质中 78 种兽残化合物为期 10 天共 600 针的长期稳定性考察。为动物源性食品兽残批量检测提供实操性的应用参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用超高效液相色谱系统 - 三重四极杆质谱仪 LCMS-8065XE，具体配置如下：

系统控制器：	CBM-40	输液泵：	LC-40DX3 × 2
自动进样器：	SIL-40C X3	柱温箱：	CTO-40C
色谱工作站：	LabSolutions Ver.5.135，LabSolutions Insight Ver.5.0	质谱仪：	LCMS-8065XE

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack Scepter AQ-C18(100 mm×2.1 mm, 1.9 μm)
PN: 227-30807-02，岛津（上海）实验器材有限公司（SGLC）

流　动　相：A 相 -0.1% 甲酸水溶液；B 相 - 乙腈
流　　速：0.2 mL/min
柱　　温：40℃
进 样 体 积　1 μL
洗 脱 方 式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 20%，时间程序见表 1

表 1　梯度洗脱时间程序

时间（min）	流量（mL/min）	泵 A 浓度（%）	泵 B 浓度（%）
8.00	0.2	42	58
8.05	0.2	5	95
12.00	0.2	5	95
12.05	0.2	85	15
16.00	0.2	85	15

质谱条件

离　子　源：XE-ESI(±)
雾 化 气 流 速：1.1 L/min
加 热 气 流 速：10.0 L/min
干 燥 气 流 速：10.0 L/min
扫 描 模 式：多反应监测 (MRM)
加 热 模 块 温 度：400℃
D L 温　度：250℃
接 口 温 度：300℃
水 平 位 置：+1 mm
M R M 参　数：见表 2

表 2　78 种兽残化合物信息和 MRM 参数

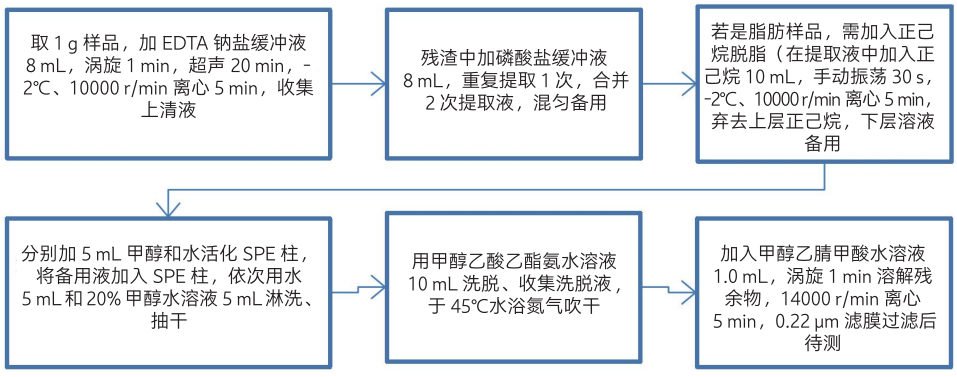
序号	中文名称	CAS NO.	定量离子对	定性离子对
1	苯并咪唑	51-17-2	119.20>65.10	119.20>92.10
2	磺胺胍	57-67-0	215.10>156.10	215.10>108.10
3	舒必利	15676-16-1	342.20>112.10	342.20>214.00
4	氨基比林	58-15-1	232.10>113.15	232.10>98.10
5	林可霉素	154-21-2	407.20>126.10	407.00>359.15
6	5- 羟基噻苯咪唑	14769-74-5	218.00>147.10	218.00>191.05
7	阿苯达唑 -2- 氨基砜	80983-36-4	240.20>133.10	240.20>198.10
8	磺胺二甲异嘧啶	515-64-0	279.10>124.10	279.10>186.00
9	东莨菪碱	51-34-3	304.15>138.10	304.15>156.10
10	二甲氧苄嘧啶	5355-16-8	261.11>245.05	261.11>123.05
11	左旋咪唑	14769-73-4	205.10>178.10	205.10>91.10
12	甲氧苄啶	738-70-5	291.20>230.30	291.20>261.10
13	氯羟吡啶	2971-90-6	192.00>101.10	192.10>87.10
14	噻菌灵	148-79-8	201.90>175.05	201.90>131.10

15	磺胺醋酰	144-80-9	215.10>156.00	215.10>108.00
16	阿托品	51-55-8	290.25>124.15	290.25>93.10
17	罗苯哒唑	35212-22-7	206.10>134.10	206.10>160.10
18	磺胺噻唑	72-14-0	256.00>92.00	256.00>156.00
19	磺胺嘧啶	68-35-9	251.10>92.00	251.10>156.00
20	塞克硝唑	3366-95-2	186.20>128.20	186.20>59.20
21	磺胺吡啶	144-83-2	250.10>108.10	250.10>156.00
22	氮哌酮	1649-18-9	328.20>121.20	328.20>165.15
23	磺胺异噁唑	127-69-5	268.10>156.00	268.10>113.00
24	赛拉嗪	7361-61-7	221.10>90.05	221.10>164.05
25	阿苯达唑亚砜	54029-12-8	282.20>208.10	282.10>240.10
26	氨基甲苯咪唑	52332-26-0	238.30>105.20	238.30>133.20
27	磺胺甲噻二唑	144-82-1	271.10>92.00	271.10>156.00
28	安替比林	60-80-0	189.10>77.10	189.10>104.10
29	磺胺对甲氧嘧啶	651-06-9	281.10>92.00	281.10>156.00
30	磺胺二甲嘧啶	57-68-1	279.10>92.00	279.10>186.00
31	克林霉素	18323-44-9	425.20>126.20	425.20>377.20
32	2- 氨基氟苯咪唑	31430-15-6	256.20>95.10	255.90>123.10
33	磺胺甲氧哒嗪	80-35-3	281.10>92.00	281.10>156.00
34	奥硝唑	16773-42-5	220.20>128.20	220.20>82.10
35	噻虫胺	210880-92-5	250.00>169.10	250.00>132.00
36	磺胺间甲氧嘧啶	1220-83-3	281.10>92.00	281.10>156.00
37	氧苯达唑	20559-55-1	250.20>218.15	250.20>176.10
38	吡虫啉	138261-41-3	256.05>175.10	256.05>209.05
39	磺胺氯吡嗪	102-65-8	285.00>156.00	285.00>92.10
40	氟哌利多	548-73-2	380.20>165.00	380.20>194.10
41	阿苯达唑砜	75184-71-3	298.20>159.10	298.20>266.20
42	磺胺甲噁唑	723-46-6	254.10>92.00	254.10>156.00
43	磺胺邻二甲氧嘧啶	2447-57-6	311.10>156.00	311.10>92.00
44	啶虫脒	135410-20-7	223.10>126.05	223.10>56.10
45	磺胺二甲唑	723-42-2	268.20>156.25	268.20>113.20
46	苯海拉明	58-73-1	256.05>167.00	256.05>152.00
47	非那西汀	62-44-2	180.20>110.15	180.20>138.35
48	乙酰丙嗪	137-38-2	327.10>86.20	327.10>58.10
49	异丙硝唑	14885-29-1	170.20>109.20	170.20>124.20

50	异丙嗪	60-87-7	285.10>86.15	285.10>198.00
51	氟哌啶醇	52-86-8	376.30>123.10	376.30>165.15
52	乙氧酰胺苯甲酯	59-06-3	238.20>136.00	238.20>164.05
53	苯酰磺胺	127-71-9	276.95>156.00	276.95>92.10
54	丁苯咪唑	17037-30-8	248.10>145.05	248.10>173.10
55	烯菌灵	35554-44-0	297.00>159.00	297.00>201.00
56	磺胺喹恶啉	59-40-5	301.05>156.05	301.05>108.00
57	环嗪酮	51235-04-2	253.15>171.10	253.15>85.10
58	丙咪嗪	50-49-7	281.20>86.20	281.30>58.20
59	磺胺间二甲氧嘧啶	122-11-2	311.10>156.00	311.10>92.00
60	奋乃静	58-39-9	404.20>171.25	404.20>143.15
61	吉他霉素	39279-28-2	772.51>109.00	772.51>174.05
62	盐酸丙酰丙嗪	7681-67-2	341.00>86.00	341.00>58.00
63	阿苯达唑	54965-21-8	266.00>234.00	266.00>191.00
64	克拉霉素	81103-11-9	748.30>158.05	748.30>590.20
65	甲苯咪唑	31431-39-7	296.20>264.20	296.20>105.10
66	卡马西平	298-46-4	237.00>194.05	237.00>179.05
67	西玛津	122-34-9	202.05>104.00	202.05>96.15
68	奥沙西泮	604-75-1	286.90>241.00	286.90>162.90
69	艾司唑仑	29975-16-4	295.20>205.20	295.20>267.30
70	萎锈灵	5234-68-4	236.05>143.00	236.05>124.00
71	敌草隆	330-54-1	233.00>72.10	233.00>46.10
72	氟啶草酮	59756-60-4	330.05>309.05	330.05>310.05
73	利谷隆	330-55-2	249.00>160.00	249.00>182.10
74	腈菌唑	88671-89-0	289.10>70.05	289.10>125.05
75	嘧菌酯	131860-33-8	404.10>372.05	404.10>329.00
76	炔苯酰草胺	23950-58-5	256.10>189.95	256.10>173.00
77	噻嗪酮	69327-76-0	306.10>201.10	306.10>116.10
78	氟虫腈	120068-37-3	434.90>329.80	434.90>249.80

1.3 空白基质样品前处理

称取样品 1（±0.05)g，先用缓冲液提取，再上 SPE 柱净化提纯的方式，获得空白基质溶液。前处理过程如下:



1.4 基质加标样品和质控样品配制

将 1.3 制备的空白基质溶液和 20% 乙腈水溶液分别稀释 1 mg/L 的兽残大混标溶液，获得浓度为 5 ng/mL 的猪肉基质加标溶液和纯标溶液。

1.5 长期稳定性考察实验方案

连续监测 10 天，每日提交 1 个批处理表；单日运行序列：溶剂空白→基质空白 → 5 ppb QC×1 → 5 ppb 基质加标 ×15 → 5 ppb QC×1 → 5 ppb 基质加标 ×15 → 5 ppb QC×1 → 5 ppb 基质加标 ×15(每日循环 2 次)，每日分析完成后，即进行离子源维护，而后再提交批表分析，累计完成 600 针基质加标样品分析，全程监控峰面积响应变化。



图 1　长期稳定性试验批处理分析流程

结果与讨论

2.1 长期稳定性整体表现

78 种兽残化合物包含磺胺类、镇定类和咪唑类等，连续监测 10 天，累计完成 600 针基质加标样品的分析，LCMS-8065XE 三重四极杆液质联用系统具备良好的抗基质污染性能与长期信号稳定性。统计 10 天，5 ng/mL 基质加标样品，600 针的保留时间和峰面积相对标准偏差 RSD 分别在 0.05%~0.45% 和 9.81%-17.72% 之间，其中塞克硝唑和异丙嗪的连续 600 针峰面积的 RSD 分别为 6.01% 和 8.17%，长期稳定性良好。结果如表 3、图 2-5。

表 3. 78 种兽残化合物 600 针的保留时间和峰面积相对标准偏差 %RSD（5 ng/mL，n=600）

序号	化合物名称	保留时间	峰面积	序号	化合物名称	保留时间	峰面积
1	苯并咪唑	0.14	9.81	40	氟哌利多	0.24	9.34
2	磺胺胍	0.17	18.63	41	阿苯达唑砜	0.21	10.00
3	舒必利	0.23	17.26	42	磺胺甲噁唑	0.23	10.30
4	氨基比林	0.37	13.82	43	磺胺邻二甲氧嘧啶	0.23	10.59
5	林可霉素	0.42	9.25	44	啶虫脒	0.21	12.14
6	5- 羟基噻苯咪唑	0.34	15.91	45	磺胺二甲唑	0.24	12.00
7	阿苯达唑 -2- 氨基砜	0.41	9.30	46	苯海拉明	0.32	8.45
8	磺胺二甲异嘧啶	0.35	12.45	47	非那西汀	0.22	13.54
9	东莨菪碱	0.43	9.96	48	乙酰丙嗪	0.24	8.14
10	二甲氧苄嘧啶	0.38	11.47	49	异丙硝唑	0.21	10.33
11	左旋咪唑	0.45	8.41	50	异丙嗪	0.23	8.17
12	甲氧苄啶	0.30	11.40	51	氟哌啶醇	0.23	11.60
13	氯羟吡啶	0.36	7.57	52	乙氧酰胺苯甲酯	0.22	9.34
14	噻菌灵	0.26	10.22	53	苯酰磺胺	0.20	10.27
15	磺胺醋酰	0.37	8.14	54	丁苯咪唑	0.24	11.42
16	阿托品	0.33	6.92	55	烯菌灵	0.23	9.63
17	罗苯哒唑	0.28	7.72	56	磺胺喹恶啉	0.21	10.26
18	磺胺噻唑	0.26	17.70	57	环嗪酮	0.22	8.04
19	磺胺嘧啶	0.28	11.61	58	丙咪嗪	0.23	8.26
20	塞克硝唑	0.26	6.01	59	磺胺间二甲氧嘧啶	0.20	10.94
21	磺胺吡啶	0.37	12.13	60	奋乃静	0.24	10.95
22	氮哌酮	0.28	11.01	61	吉他霉素	0.25	11.23
23	磺胺异噁唑	0.30	11.06	62	盐酸丙酰丙嗪	0.22	9.76
24	赛拉嗪	0.31	8.02	63	阿苯达唑	0.24	11.77
25	阿苯达唑亚砜	0.30	8.43	64	克拉霉素	0.24	8.48
26	氨基甲苯咪唑	0.25	10.48	65	甲苯咪唑	0.22	10.64
27	磺胺甲噻二唑	0.26	7.09	66	卡马西平	0.20	9.78
28	安替比林	0.25	6.21	67	西玛津	0.21	11.78
29	磺胺对甲氧嘧啶	0.25	9.60	68	奥沙西泮	0.20	9.80
30	磺胺二甲嘧啶	0.30	8.25	69	艾司唑仑	0.20	9.90
31	克林霉素	0.27	10.49	70	萎锈灵	0.17	13.58
32	2- 氨基氟苯咪唑	0.23	8.71	71	敌草隆	0.16	13.16
33	磺胺甲氧哒嗪	0.24	13.67	72	氟啶草酮	0.07	14.11

34	奥硝唑	0.24	9.83	73	利谷隆	0.07	11.91
35	噻虫胺	0.24	7.93	74	腈菌唑	0.07	15.85
36	磺胺间甲氧嘧啶	0.27	11.69	75	嘧菌酯	0.06	12.95
37	氧苯达唑	0.23	10.78	76	炔苯酰草胺	0.07	10.29
38	吡虫啉	0.22	9.40	77	噻嗪酮	0.08	12.25
39	磺胺氯吡嗪	0.25	9.69	78	氟虫腈	0.05	17.72

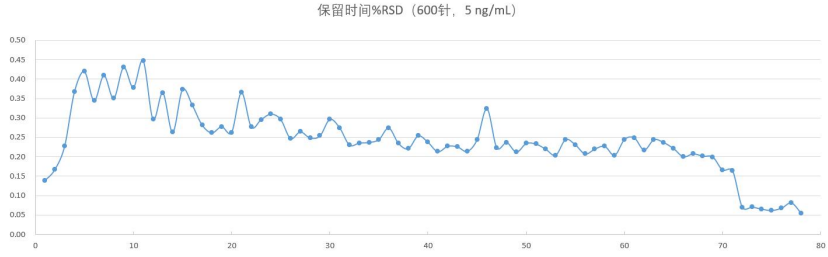


图 2. 78 种兽残化合物保留时间 %RSD(n=600,5 ng/mL)

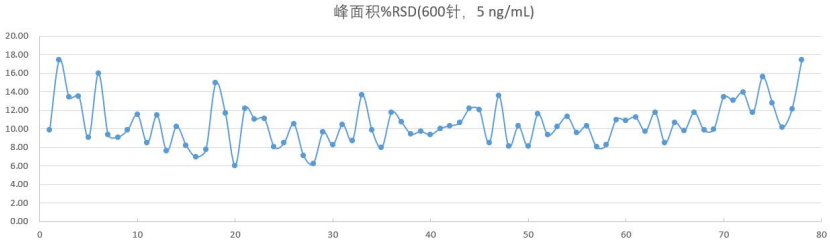


图 3. 78 种兽残化合物峰面积 %RSD(n=600,5 ng/mL)

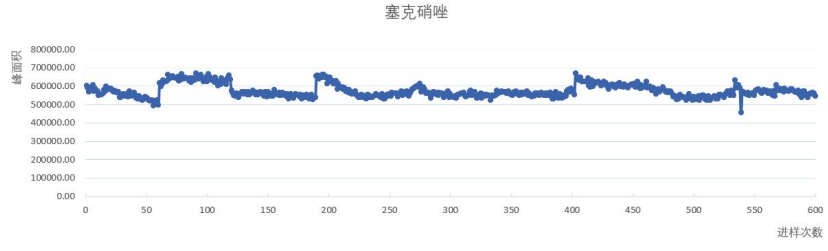


图 4. 塞克硝唑连续 600 针峰面积变化图（RSD=6.01%）

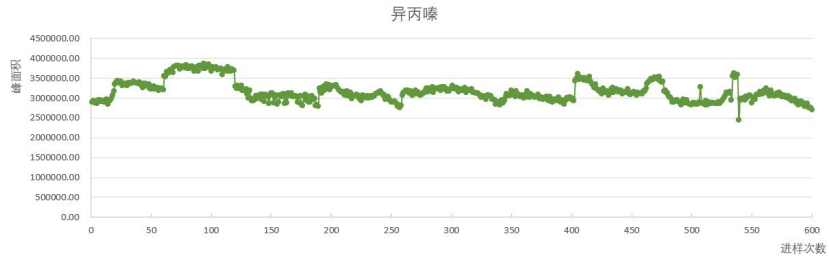


图 5. 异丙嗪连续 600 针峰面积变化图（RSD=8.17%）

2.2 批内精密度

78 种兽残化合物批内（10 针）5 ng/mL 基质加标样品的峰面积 RSD 在 0.74%-4.95% 之间，重复性良好。结果图 6：

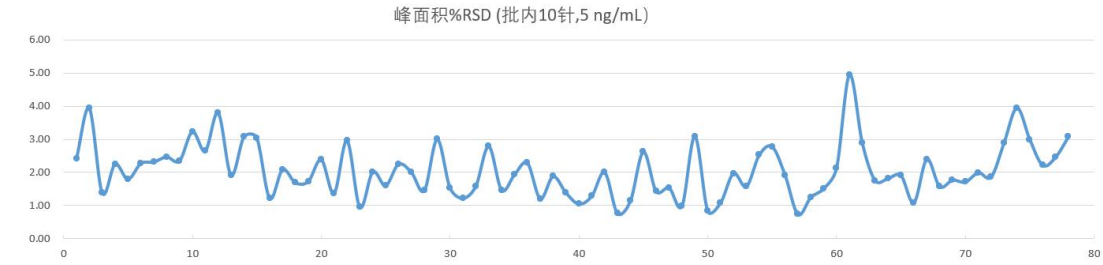


图 6. 78 种兽残化合物批内（n=10,5 ng/mL）峰面积%RSD

2.3 日内精密度

78 种兽残化合物日内（60 针）5 ng/mL 基质加标样品的峰面积 RSD 在 1.73%-11.80% 之间，重复性良好。结果图 7：

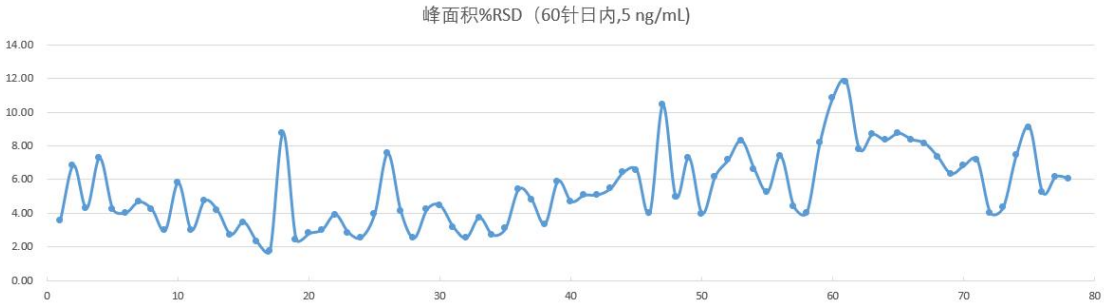


图 7. 78 种兽残化合物日内（n=60,5 ng/mL）峰面积%RSD

2.4 日间精密度

78 种兽残化合物日间（120 针）5 ng/mL 基质加标样品的峰面积 RSD 在 2.28%-13.41% 之间，重复性良好。结果图 8：

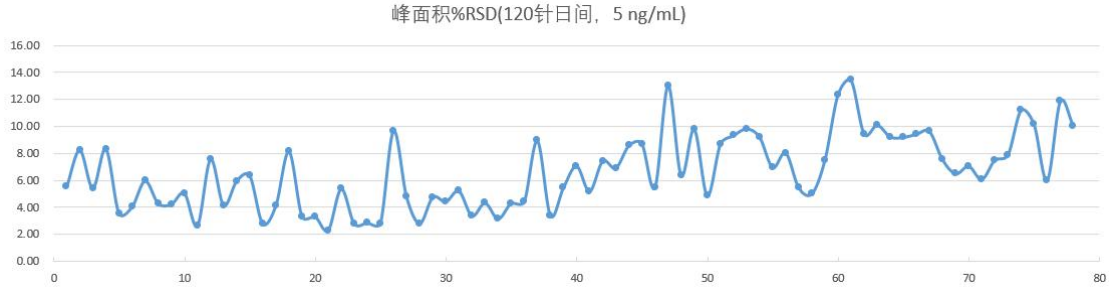


图 8. 78 种兽残化合物日间（n=120,5 ng/mL）峰面积%RSD

结论

本文使用岛津 LCMS-8065XE 三重四极杆液质联用系统，建立一针分析 78 种兽残化合物的液质方法，同时对 78 种兽残化合物开展连续 10 天、累计超 600 针的瘦肉基质加标样品重复性测试。通过系统考察 5 ng/mL 浓度下的批内、日内、日间精密度及长期信号重现性，全面验证该仪器在分析瘦肉基质样品中的长期稳定性与抗污染性能，在超低浓度水平 5 ng/mL 下的峰面积稳定，长期稳定性优异。

岛津应用云

岛津企业管理（中国）有限公司 –分析中心
Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center

Email: dr_jin@shimadzu.com.cn Tel: 86(21)34193983 http://www.shimadzu.com.cn