

SCIEX液质联用系统对动物性食品中环丙氨嗪及其代谢物三聚氰胺的测定

Determination of Cyromazine and Its Metabolite Melamine in Animal-Derived Food Products by SCIEX LC-MS/MS system

李广宁, 孙小杰, 杨总, 刘冰洁

Li Guangning, Sun Xiaojie, Yang zong, Liu bingjie

SCIEX China

关键词: LC-MS/MS; 环丙氨嗪; 三聚氰胺; 动物性食品

Key words: LC-MS/MS; Cyromazine; Melamine; Animal-Derived Food Products

引言

环丙氨嗪 (Cyromazine) 是一种含氮杂环类杀虫剂, 2002年被农业部批准为三类新兽药。它通过抑制昆虫几丁质合成, 阻断蝇蛆化蛹, 被广泛用于畜禽饲料。环丙氨嗪作为母体本身毒性较低, 但其在动物体内迅速脱烷基, 几乎定量转化为三聚氰胺; 后者一旦与三聚氰酸共存, 可在肾小管形成不溶性结晶, 诱发急性肾衰竭。2007年美国“宠物毒粮”与2008年中国“三鹿奶粉”事件均证实, 三聚氰胺的非法添加或环丙氨嗪的代谢残留均可造成大规模公共卫生危机。由此, 环丙氨嗪在我国被归为C类“潜在致癌”兽药, 三聚氰胺则被明文禁止作为食品和饲料添加剂。

为保障动物源性食品安全, 我国现行标准规定: 鸡肉、牛奶中环丙氨嗪 $\leq 0.05 \text{ mg kg}^{-1}$, 鸡蛋 $\leq 0.25 \text{ mg kg}^{-1}$; 三聚氰胺在婴幼儿乳粉 $\leq 1 \text{ mg kg}^{-1}$, 其他乳制品 $\leq 2.5 \text{ mg kg}^{-1}$ 。美国、欧盟亦对二者分别设限, 严格控制环丙氨嗪及三聚氰胺对动物源性食品的污染。

为加强对动物源食品中环丙氨嗪及三聚氰胺的监管, 我国制定了相关检测标准GB 29704-2013《动物性食品中环丙氨嗪及代谢物三聚氰胺多残留的测定 超高效液相色谱-串联质谱法》, 方法明确采用液相色谱-串联质谱法 (LC-MS/MS) 对相关污染物进行检测。基于此标准, 我们在 SCIEX TripleQuad™ 系统上建立了动物性食品中环丙氨嗪及三聚氰胺的检测方法。该方案依托 SCIEX 液质联用技术平台, 灵敏度高、准确性好, 可快速实现环丙氨嗪及其代谢物三聚氰胺的污染检测, 保障消费者健康安全, 同时满足监管要求及食品企业源头管控需求。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统

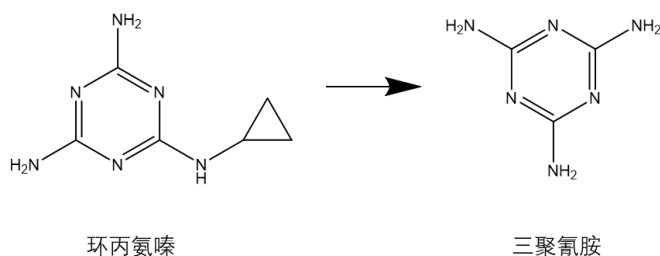
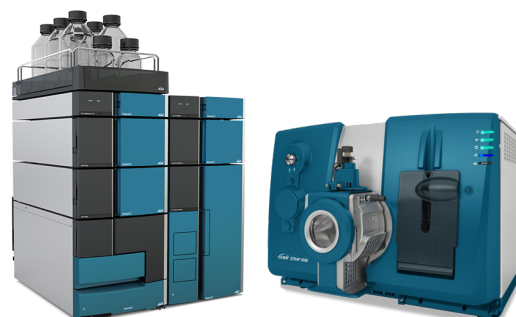


图1. 环丙氨嗪脱烷基化形成三聚氰胺



样品处理:

参考标准GB 29704-2013 食品安全国家标准 动物性食品中环丙氨嗪及代谢物三聚氰胺多残留的测定 超高效液相色谱-串联质谱法进行前处理

色谱方法:

色谱柱: HILIC 1.7 μ m 100 $\times$ 2.1 mm
流动相: A: 0.1 mol/L 乙酸铵水溶液
B: 乙腈
梯度洗脱:

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40 $^{\circ}$ C;

质谱方法:

扫描方式: 正模式
离子源: ESI
离子对列表见附表

实验结果

化合物提取离子流色谱图 (见图2)

1. 线性, 回归方程及回归系数

使用空白基质配置1~50 ng/mL标准测试液, 线性关系良好, r 值均大于 0.998, 且各浓度点准确度均在89-107% 间, 方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

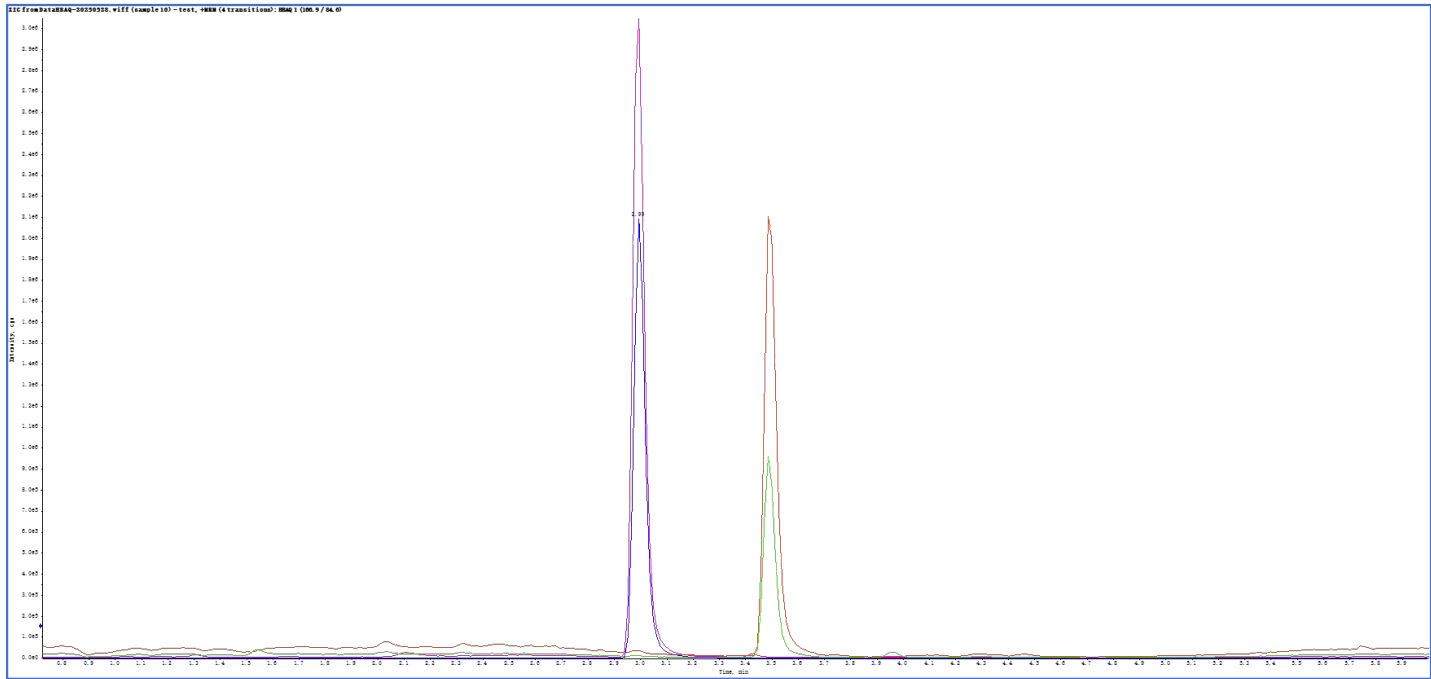


图2. 基质样本中环丙氨嗪及三聚氰胺的提取离子流色谱图

2. 重复性以及回收率

用鸡肉空白基质加标考察方法灵敏度，添加浓度分别为1 ng/mL，5 ng/mL及20 ng/mL，进样测试，在优化色谱方法排除相关干扰下，相关回收率均在80.5%-111%之间，符合方法学要求。同时，在三个浓度点下，连续进样（n=6）考察方法的重复性，所有化合物6次进样峰面积RSD%均在1.58%~2.96%范围内，展现了方法的可靠性以及仪器的耐受性。

3. 实际样品分析

采集市场购买的鸡肉及鸡蛋样品进行检测，通过SCIEX OS软件对数据进行批量处理，可直观的通过离子比率对化合物进行定性定量分析（如图3）。

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™系统上，建立了动物性食品中的环丙氨嗪及其代谢物三聚氰胺的LC-MS/MS方法，方法快速简便，灵敏度高，重现性好，完全可满足相关标准中环丙氨嗪及三聚氰胺的相关检测需求。

参考文献

1. 《GB 29704-2013 食品安全国家标准 动物性食品中环丙氨嗪及代谢物三聚氰胺多残留的测定 超高效液相色谱-串联质谱法》

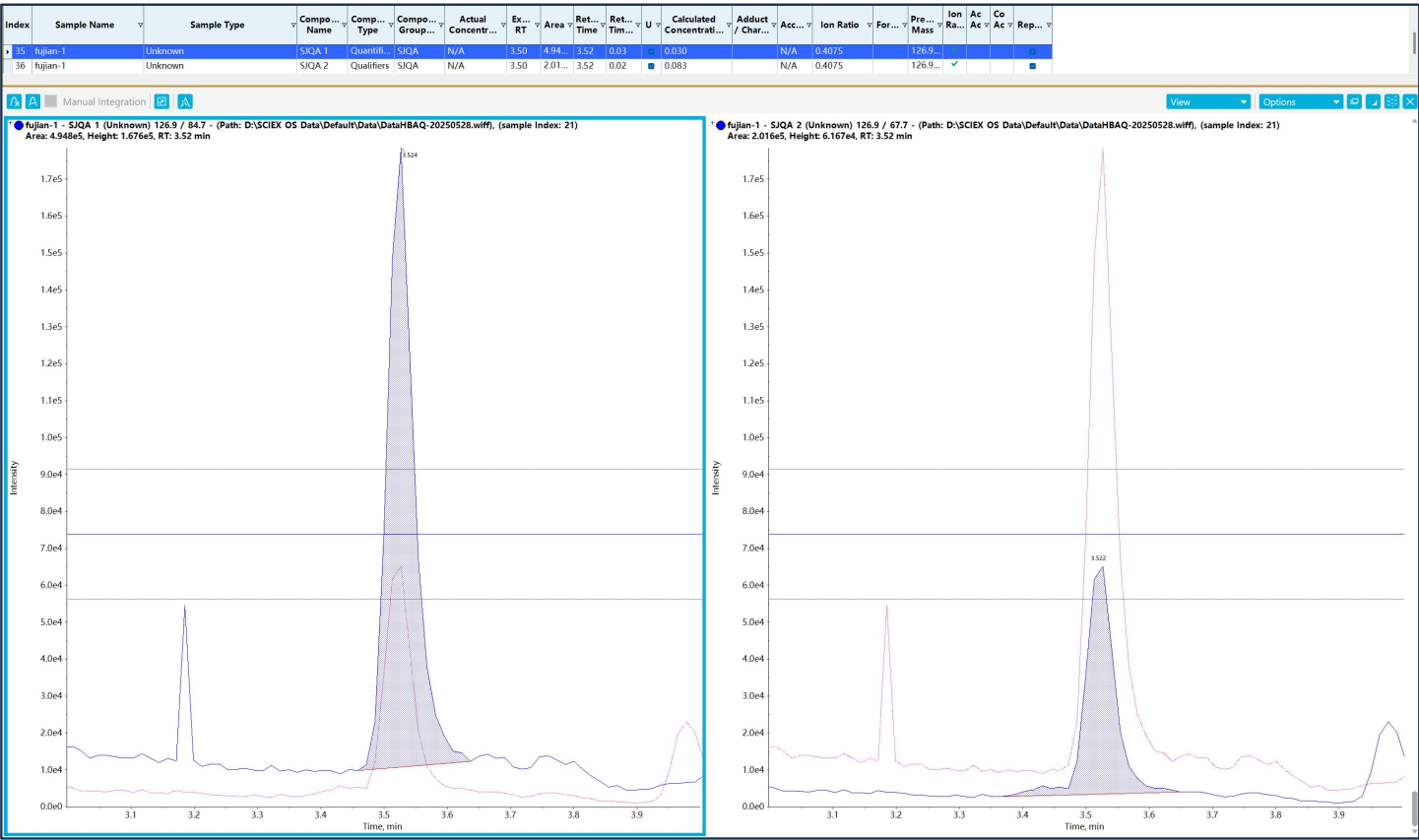


图3. 鸡蛋样品中三聚氰胺的测试及判定

附录：环丙氨嗪及三聚氰胺的质谱离子对参数

中文名	英文名	CAS No.	分子式	Q1	Q3	DP	CE
环丙氨嗪	Cyromazine	66215-27-8	$C_6H_{10}N_6$	166.9	85	60	26
				166.9	124.9	60	25
三聚氰胺	Melamine	108-78-1	$C_3H_6N_6$	126.9	85	70	25
				126.9	68	70	40

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-36232-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市昌平区生命科学园科学园路
18号院A座一层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390

全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333

官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：[SCIEX-China](#)