

SCIEX液质联用系统对饲料中2,6-二甲基-3,5-二乙酯基-1,4-二氢吡啶的测定

Determination of Dilludine in feeds 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；二氢吡啶；饲料

Key words: LC-MS/MS; Dilludine; feeds

引言

二氢吡啶（Dilludine），学名 2,6-二甲基-3,5-二乙酯基-1,4-二氢吡啶（分子式： $C_{13}H_{19}NO_4$ ），曾被用作饲料添加剂，以期促进动物生长、提高饲料利用率及改善肉质品质，并一度在畜牧生产中有所应用。然而，二氢吡啶并非国家允许使用的饲料添加剂或药物饲料添加剂。经查证，该物质未列入农业农村部（原农业部）制定的《饲料原料目录》、《饲料添加剂品种目录》和《药物饲料添加剂品种目录》三大允许使用物质目录。因此，在饲料中添加使用二氢吡啶属于违法行为。此外需注意的是，饲料中高水平添加二氢吡啶可能导致其在畜产品中残留，进而可能引发敏感人群的低血压反应，存在食品安全风险。

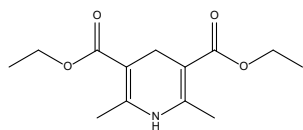


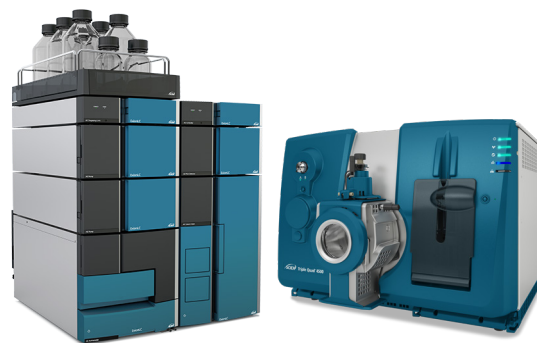
图1. 二氢吡啶的化学结构式

为加强对饲料中非法添加二氢吡啶的监管，农业农村部制定了行业标准 NY/T 3141《饲料中2,6-二甲基-3,5-二乙酯基-1,4-二氢吡啶的测定液相色谱-串联质谱法》，明确规定采用液相色谱-串联质谱法（LC-MS/MS）进行检测。基于此标准，我们在 SCIEX TripleQuad™ 系统上建立了饲料中二氢吡啶的检测方法。该方案依

托 SCIEX 液质联用技术平台，灵敏度高、准确性好，能为打击非法添加行为提供关键技术支撑，保障消费者健康安全，同时满足监管要求和饲料企业源头管控需求。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



样品处理：

参考标准NY/T 3141《饲料中2,6-二甲基-3,5-二乙酯基-1,4-二氢吡啶的测定液相色谱-串联质谱法》进行前处理

色谱方法：

色谱柱：C18 1.7 μ m 100 $\times$ 2.1 mm

流动相：A：水（含0.1% 甲酸及5mmol/L乙酸铵）

B：乙腈

梯度洗脱：

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.3000	20
1.00	0.3000	20
3.50	0.3000	80
5.00	0.3000	95
7.50	0.3000	95
7.60	0.3000	20
10.00	0.3000	20

流速：0.3 mL/min；
柱温：40℃；

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

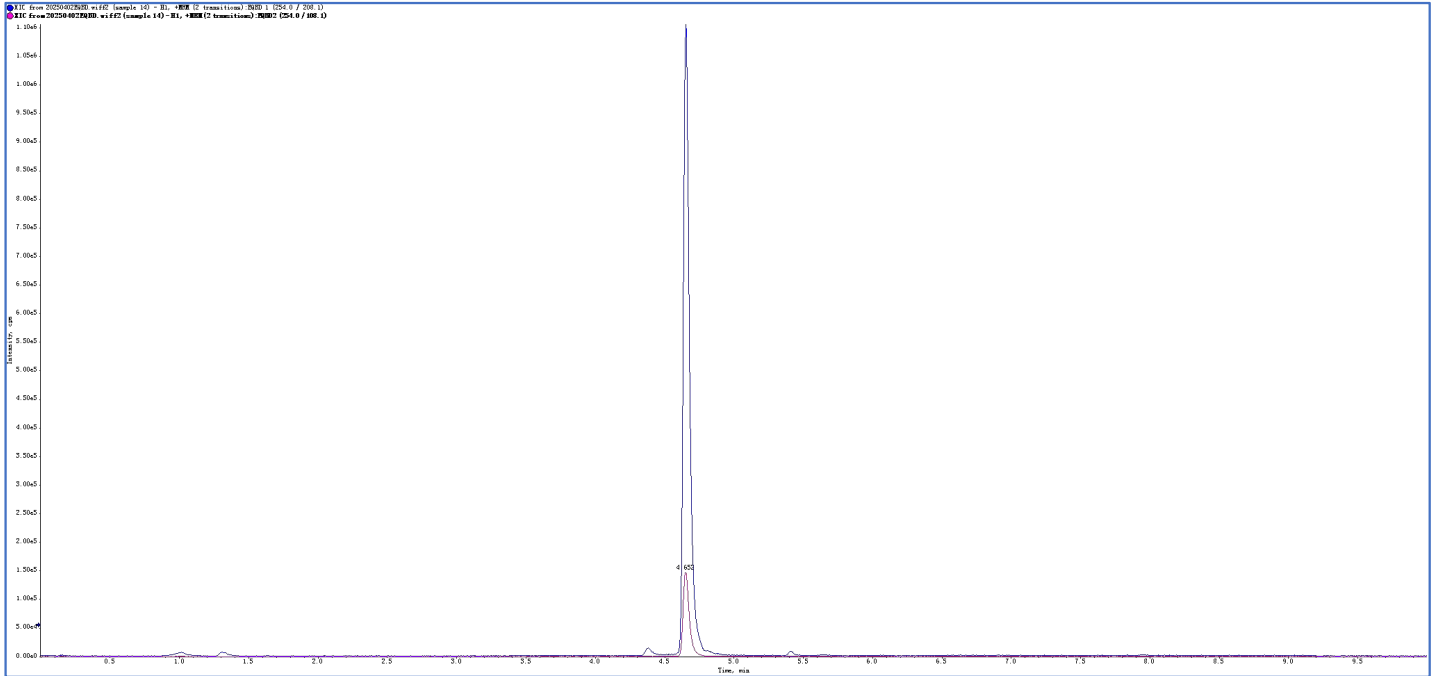


图2. 基质样本中二氢吡啶的提取离子流色谱图

1.线性，回归方程及回归系数

使用空白基质配置0.4~50 ng/mL标准测试液，结果表明，线性关系良好，r 值均大于 0.999，（见图3），且各浓度点准确度均在 85-119% 间，方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

2.重复性以及回收率

用饲料空白基质加标考察方法灵敏度，添加浓度分别为 0.5 ng/mL，5 ng/mL及10 ng/mL，进样测试，在优化色谱方法排

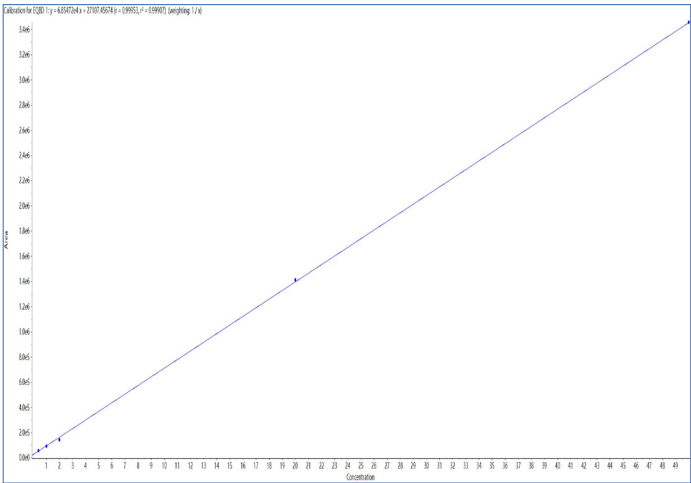


图3. 二氢吡啶的基质匹配标准曲线

除相关干扰下，相关回收率均在85%-107%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1.13%~2.64%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

采集某厂家的饲料样品进行检测，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4）。

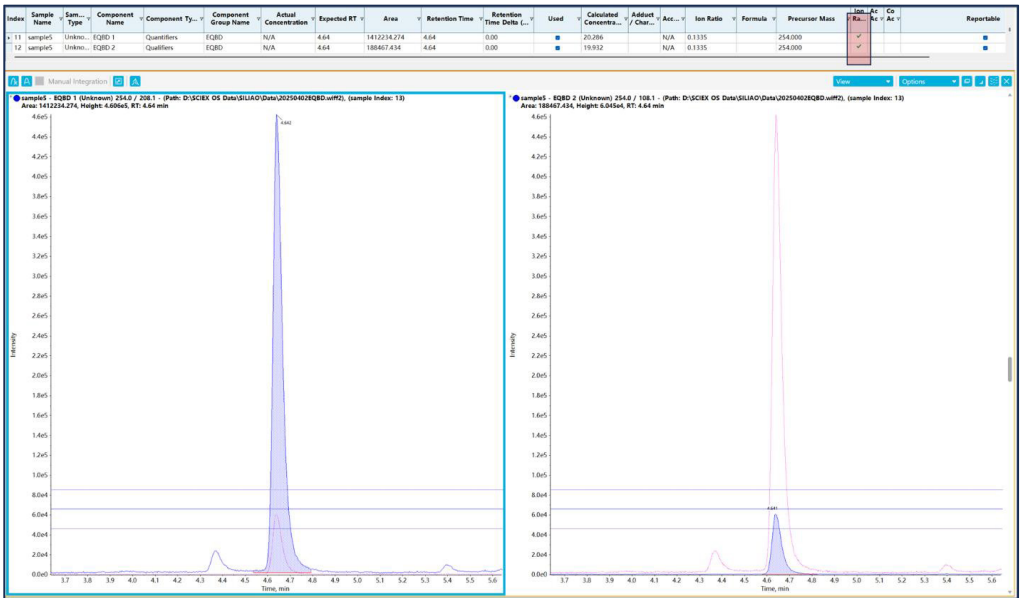


图4. 饲料样品中二氢吡啶的检测及判定

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™系统上，建立了饲料中的二氢吡啶的LC-MS/MS方法，方法快速简便，灵敏度高，重现性好，完全可满足饲料中二氢吡啶的相关检测需求。

参考文献

1. 《NYT 3141-2017饲料中2,6-二甲基-3,5-二乙酯基-1,4-二氢吡啶的测定液相色谱-串联质谱法》

附录：二氢吡啶的质谱离子对参数

中文名	英文名	CAS No.	分子式	Q1	Q3	DP	CE
二氢吡啶	Diludine	1149-23-1	C ₁₃ H ₁₉ NO ₄	254	208.1	70	19
				254	108.1	70	33

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-35675-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](https://www.sciex.com.cn)