

• 实验技术 •

超高效液相色谱-串联质谱法同时检测禽蛋禽肉中灭蝇胺和三聚氰胺

张翔, 吴小琼, 葛森华, 周莹, 欧阳楠

嘉兴市疾病预防控制中心, 浙江 嘉兴 314050

摘要: **目的** 基于固相萃取柱净化, 建立超高效液相色谱-串联质谱法同时检测禽蛋、禽肉中灭蝇胺和三聚氰胺。 **方法** 采集市售鸡蛋、鹌鹑蛋和鸡肉, 匀浆后经0.5%甲酸乙腈提取、MCX柱固相萃取和5%氨水甲醇洗脱后, 收集洗脱液, 氮吹至近干, 加10%甲醇水溶液溶解。选择TSKgel Amide-80 (2.0 mm×150 mm, 5 μm) 色谱柱分离, 采用串联质谱正离子多反应监测模式同时检测灭蝇胺和三聚氰胺, 内标法定量。通过优化样品提取、固相萃取柱和仪器参数等条件提高效率和减少基质干扰。绘制标准曲线, 计算灭蝇胺和三聚氰胺的检出限、定量限、加标回收率和相对标准偏差。 **结果** 优化方法后, 灭蝇胺和三聚氰胺的基质效应为0.97~1.04, 无明显基质抑制或增强效应; 灭蝇胺和三聚氰胺在1.0~200.0 ng/mL范围内线性关系良好, 相关系数均 $\geq 0.999\ 5$, 检出限分别为0.3和0.5 μg/kg, 定量限分别为1.0和1.5 μg/kg; 在1.0、20.0和150.0 μg/kg水平加标, 平均加标回收率为78.6%~103.1%, 相对标准偏差为3.5%~6.3%。测定95份样品, 6份样品检出灭蝇胺, 5份样品检出三聚氰胺, 未在鸡肉样品中检出灭蝇胺和三聚氰胺。 **结论** 本研究建立的方法可以同时检测禽蛋、禽肉中的灭蝇胺和三聚氰胺, 并实现准确定量。

关键词: 超高效液相色谱-串联质谱; 灭蝇胺; 三聚氰胺

中图分类号: R994.3

文献标识码: A

文章编号: 2096-5087 (2025) 07-0751-06

Simultaneous determination of cyromazine and melamine in poultry eggs and meat with ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHANG Xiang, WU Xiaoqiong, GE Miaohua, ZHOU Ying, OUYANG Nan

Jiaxing Center for Disease Control and Prevention, Jiaxing, Zhejiang 314050, China

Abstract: Objective To establish an ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) method based on solid-phase extraction column purification for simultaneous determination of cyromazine and melamine in poultry eggs and meat. **Methods** Eggs, quail eggs, and chicken were collected from markets. After homogenization, the sample was extracted with 0.5% formic acid in acetonitrile, subjected to solid-phase extraction using an MCX cartridge, and eluted with 5% ammonia in methanol. The eluate was collected, evaporated to near dryness under nitrogen, and reconstituted in a 10% aqueous methanol solution. Separated using TSK gel Amide-80 column (2.0 mm×150 mm, 5 μm), cyromazine and melamine were simultaneously detected in positive ion multiple reaction monitoring mode via tandem mass spectrometry, with quantification achieved by isotope dilution internal standard methods. Efficiency was enhanced and matrix interference minimized by optimizing conditions such as sample extraction, solid-phase extraction cartridge selection, and instrumental parameters. Calibration curves were constructed, and detection limits, quantification limits, spiked recoveries, and relative standard deviations for (RSD) of cyromazine and melamine were calculated. **Results** After method optimization, matrix effects for cyromazine and melamine ranged from 0.97 to 1.04, indicating no significant matrix suppression or enhancement. Both cyromazine and melamine exhibited excellent linearity

DOI: 10.19485/j.cnki.issn2096-5087.2025.07.023

基金项目: 嘉兴市科技计划项目 (2023AD11048)

作者简介: 张翔, 硕士, 主管技师, 主要从事理化检验工作

通信作者: 吴小琼, E-mail: 285016065@qq.com

within the concentration range of 1.0–200.0 ng/mL, with correlation coefficients ≥ 0.999 . The limits of detection were 0.3 $\mu\text{g/kg}$ for cyromazine and 0.5 $\mu\text{g/kg}$ for melamine, the quantification limits were 1.0 and 1.5 $\mu\text{g/kg}$, respectively. At spiked levels of 1.0, 20.0, and 150.0 $\mu\text{g/kg}$, the average recoveries ranged from 78.6% to 103.1%, with RSD between 3.5% and 6.3%. Among 95 samples tested, cyromazine was detected in 6 samples and melamine in 5 samples; neither cyromazine nor melamine was detected in chicken samples. **Conclusion** The UPLC-MS/MS method established in this study enables simultaneous detection and accurate quantification of cyromazine and melamine in poultry eggs and meat.

Keywords: ultra-high performance liquid chromatography–tandem mass spectrometry; cyromazine; melamine

灭蝇胺是广泛应用于养殖业的高效杀虫剂，能有效控制双翅目昆虫生长^[1]，但其具有潜在毒性，可干扰生殖激素的分泌和调节，长期暴露还可能引发神经系统退行性损伤^[2]。三聚氰胺是灭蝇胺的代谢产物，可在动物体内蓄积，导致泌尿系统结石、肾功能损伤和生殖系统损伤^[3–4]。研究表明，滥用或未遵循休药期使用灭蝇胺可导致禽类产品中灭蝇胺和三聚氰胺含量超标^[5–6]，影响食品安全。目前，关于检测禽类产品中灭蝇胺和三聚氰胺的方法多为单独检测，存在试剂消耗大、分析周期长和仪器占用率高等问题，因此构建同时检测灭蝇胺和三聚氰胺的方法具有重要意义。现有检测方法中，液相色谱法灵敏度不足，气相色谱–质谱法操作复杂，液相色谱–串联质谱法因其高灵敏度和高选择性成为同时检测灭蝇胺和三聚氰胺的首选方法^[7–8]。本研究通过优化样品提取、色谱条件及仪器参数，建立超高效液相色谱–串联质谱法同时检测禽蛋、禽肉中灭蝇胺和三聚氰胺的方法。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

LC-30A 超高效液相色谱仪（日本 SHIMADZU 公司）；5500 QTRAP 三重四极杆质谱仪（美国 AB SCIEX 公司）；Milli-Q 纯水仪（美国 MILLIPORE 公司）；Fotector Plus 全自动固相萃取仪（中国睿科公司）；5804 R 高速冷冻离心机（德国 Eppendorf 公司）；AutoMac200 均质仪（上海马咖米公司）；SN-QX-300D 超声仪（上海尚普公司）；TSKgel Amide-80 (2.0×150 mm, 5 μm , 日本 TOSOH 公司)。

甲醇（色谱纯，德国 Merck 公司）；乙腈（色谱纯，德国 Merck 公司）；甲酸（色谱纯，上海阿拉丁试剂有限公司）；氨水（25%~28%，分析纯，上海沪试实验室器材股份有限公司）；乙酸铵（优级纯，上海麦克林生化科技有限公司），MCX 柱（60 mg, 3 mL, 美国 Waters 公司）。标准溶液（天津阿尔塔科技有限公司）：灭蝇胺（CAS: 66215–27–8, 1ST20403–100M, 100 $\mu\text{g/mL}$ ）；灭蝇胺- $^{13}\text{C}_3$ （CAS: 1808990–94–4, 1ST20403C₃–100M, 100 $\mu\text{g/mL}$ ）；

三聚氰胺（CAS: 108–78–1, 1ST6602–100MW, 100 $\mu\text{g/mL}$ ）；三聚氰胺- $^{13}\text{C}_3$ （CAS: 1173022–88–2, 1ST6609–100W, 100 $\mu\text{g/mL}$ ）。

1.2 方法

1.2.1 标准工作液配制

取灭蝇胺和三聚氰胺标准溶液各 1 mL，用甲醇定容至 10 mL，配制灭蝇胺和三聚氰胺混合标准储备液（10 $\mu\text{g/mL}$ ），用甲醇稀释 10 倍作为灭蝇胺和三聚氰胺混合标准应用液 1（1.0 $\mu\text{g/mL}$ ），甲醇稀释 100 倍作为灭蝇胺和三聚氰胺混合标准应用液 2（100 ng/mL）；吸取灭蝇胺- $^{13}\text{C}_3$ 和三聚氰胺- $^{13}\text{C}_3$ 内标标准溶液各 1 mL，用甲醇定容至 10 mL，配制灭蝇胺和三聚氰胺混合内标储备液（10 $\mu\text{g/mL}$ ），用甲醇稀释 10 倍作为灭蝇胺和三聚氰胺混合内标应用液（1.0 $\mu\text{g/mL}$ ）。分别取混合标准应用液 2（100 ng/mL）10、50、100、200 μL 和混合标准应用液 1（1.0 $\mu\text{g/mL}$ ）50、100、200 μL ，以及混合内标应用液（1.0 $\mu\text{g/mL}$ ）50 μL ，用 10% 甲醇水溶液定容至 1 mL，配制灭蝇胺和三聚氰胺浓度为 1.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100.0 和 200.0 ng/mL 的混合标准工作液，混合内标工作液浓度为 50 ng/mL。

1.2.2 样品采集及前处理

从浙江省嘉兴市农贸市场、超市随机购买鸡肉、鸡蛋和鹌鹑蛋，蛋类去壳、肉类去骨后匀浆分装，–18 $^{\circ}\text{C}$ 保存备用。取 5 g 样品于 50 mL 离心管中，加入 50 μL 混合内标工作液，用均质仪混匀，再加入 10 mL 的 0.5% 甲酸乙腈，涡旋振荡 10 min，超声提取 10 min，离心半径 11.5 cm，10 000 r/min 低温离心 10 min，取上清液。MCX 柱用 2 mL 甲醇、2 mL 超纯水和 1 mL 甲醇活化，取 2 mL 上清液过柱，待快流干时依次用 2 mL 甲醇、2 mL 超纯水和 1 mL 甲醇淋洗，用 5 mL 的 5% 氨水甲醇洗脱，收集洗脱液，氮吹至近干，加 1 mL 的 10% 甲醇水溶液溶解残渣，过 0.22 μm 滤膜后，上机测定。

1.2.3 色谱条件

色谱柱为 TSKgel Amide-80 (2.0 mm×150 mm, 5 μm)；柱温为 40 $^{\circ}\text{C}$ ；流速为 0.30 mL/min；进样量

为 5 μ L; 流动相 A 为 20 mmol/L 乙酸铵水溶液, B 为乙腈。梯度洗脱: 0~1 min, 30% A; 1~4 min, 30%~50% A, 4~7 min, 50% A; 7~7.5 min, 50%~30% A; 7.5~10 min, 30% A。

1.2.4 质谱条件

电喷雾电离, 多反应监测, 正离子模式。离子电压为 5 500 V; 离子源温度为 550 $^{\circ}$ C; 气帘气压强为 206.8 kPa; 离子化电压为 5 500 V; 温度为 550 $^{\circ}$ C; 喷雾气压强为 379.2 kPa; 辅助加热气压强为 379.2 kPa (N_2); 碰撞气为 Medium (N_2)。其他质谱参数见表 1。

表 1 灭蝇胺和三聚氰胺质谱参数

Table 1 Mass spectrometry-related parameters of cyromazine and melamine					
化合物	保留时间/min	前体离子/ (m/z)	产物离子/ (m/z)	去簇电压/V	碰撞能量/eV
灭蝇胺	3.03	167.0	125.0 ^①	80.0	23.0
		167.0	108.0	80.0	28.0
灭蝇胺- ¹³ C ₃	3.04	169.6	70.1 ^①	80.0	38.0
		169.6	87.1	80.0	27.0
三聚氰胺	3.93	127.0	84.7	120.0	17.0
		127.0	68.0 ^①	120.0	27.0
三聚氰胺- ¹³ C ₃	3.93	130.1	87.1 ^①	100.0	23.0
		130.1	70.0	100.0	38.0

注: ①为定量离子对。

1.3 试验条件优化

1.3.1 样品处理优化

提取条件优化: 向阴性的鸡肉和鸡蛋加入灭蝇胺和三聚氰胺的混合标准应用液, 样品中两者含量均达 50 μ g/kg, 分别用甲醇、乙腈、0.5% 甲酸甲醇、0.5% 甲酸乙腈和 5% 三氯乙酸进行提取, 比较灭蝇胺和三聚氰胺的回收率; 确定提取液后, 分别用 5、10、15 和 20 mL 的提取液进行提取, 比较灭蝇胺和三聚氰胺的回收率。

固相萃取柱选择: 比较 MCX 柱、HLB 柱、C₁₈ 柱和 Prime HLB 柱对灭蝇胺和三聚氰胺的净化效果和富集效率。各固相萃取柱按照下述方法处理样品。MCX 柱: 2 mL 甲醇、2 mL 超纯水和 1 mL 甲醇活化, 2 mL 提取液上样, 2 mL 甲醇、2 mL 超纯水和 1 mL 甲醇淋洗, 5 mL 的 5% 氨水甲醇洗脱; HLB 柱和 C₁₈ 柱: 5 mL 甲醇和 5 mL 超纯水活化, 2 mL 提取液上样, 5 mL 的 5% 甲醇水溶液 (含 0.1% 甲酸) 淋洗, 5 mL 的 5% 氨水甲醇洗脱; Prime HLB 柱: 2 mL 提取液上样, 5 mL 的 5% 甲醇水溶液 (含

0.1% 甲酸)、5 mL 的 5% 氨水甲醇洗脱。

洗脱液优化: 分别用 5 mL 的 1%、3%、5%、8% 和 10% 的氨水甲醇洗脱吸附目标化合物的固相萃取柱, 比较灭蝇胺和三聚氰胺的回收率; 确定洗脱液后, 分别用 1、2、3、4 和 5 mL 的洗脱液洗脱吸附目标化合物的固相萃取柱, 比较灭蝇胺和三聚氰胺的回收率。

1.3.2 色谱条件优化

分别用 TSKgel Amide-80 (2.0 mm $\times$ 150 mm, 5 μ m)、Waters BEH Amide(2.1 mm $\times$ 100 mm, 1.7 μ m)、Waters BEH HILIC (2.1 mm $\times$ 150 mm, 1.7 μ m)、Waters BEH C18(2.1 mm $\times$ 100 mm, 1.7 μ m)、Thermo Accucore HILIC (2.1 mm $\times$ 100 mm, 2.6 μ m) 和 Waters XBrige HILIC(2.1 mm $\times$ 100 mm, 3.5 μ m) 6 种不同的色谱柱对灭蝇胺和三聚氰胺的混合标准工作液 (50 ng/mL) 连续进样 10 次, 比较目标化合物的分离和保留效果。

分别用乙腈-20 mmol/L 乙酸铵水溶液、乙腈-0.1% 甲酸水溶液、乙腈-20 mmol/L 乙酸铵 0.1% 甲酸水溶液、甲醇-0.1% 甲酸水溶液、甲醇-20 mmol/L 乙酸铵水溶液和甲醇-20 mmol/L 乙酸铵 0.1% 甲酸水溶液 6 种不同的流动相对灭蝇胺和三聚氰胺的混合标准工作液 (50 ng/mL) 连续进样 10 次, 比较目标化合物的出峰时间和峰型。

1.4 基质效应

通过比较鸡蛋和鸡肉空白基质配制的标准曲线斜率与 10% 甲醇水溶液配制的标准曲线斜率的比值评价基质效应。比值>1 表示基质增强效应, <1 表示基质抑制效应。

1.5 方法学验证

以灭蝇胺和三聚氰胺的浓度为横坐标, 标准定量离子与内标定量离子峰面积比值为纵坐标, 绘制标准曲线, 得到回归方程及线性范围。以基质中响应值较弱的定性离子 3 倍信噪比对应的含量计算检出限, 定量离子 10 倍信噪比对应的含量计算定量限。分别向阴性样品中加入灭蝇胺和三聚氰胺混合标准应用液 2 (100 ng/mL) 50 μ L、混合标准应用液 1 (1.0 μ g/mL) 100 和 750 μ L, 进行 1.0、20.0 和 150.0 μ g/kg 加标试验, 每个浓度进行 6 次平行试验, 计算平均加标回收率和相对标准偏差 (relative standard deviation, RSD)。

1.6 实际样品检测

采用优化后的方法同时检测市售的 55 份鸡肉、30 份鸡蛋和 10 份鹌鹑蛋的灭蝇胺和三聚氰胺。

2 结果

2.1 样品处理优化结果

采用甲醇、乙腈直接提取灭蝇胺和三聚氰胺时,平均回收率<70%,无法满足实验要求;5% 三氯乙酸提取时,平均回收率约为 80%,但灭蝇胺的 RSD 较大,提取稳定性较差;0.5% 甲酸甲醇和 0.5% 甲酸乙腈提取时,平均回收率>90%,但 0.5% 甲酸甲醇提取时 RSD 较大,稳定性不足。综合考虑回收率和稳定性,选择 0.5% 甲酸乙腈作为提取液,见表 2。提取液体积为 5 mL 时,灭蝇胺和三聚氰胺的平均回收率均<70%;体积≥10 mL 时,灭蝇胺和三聚氰胺的回收率高且趋于稳定,见表 3。

MCX 柱对灭蝇胺和三聚氰胺有良好的回收率,均在 90% 以上,进样后目标峰附近无杂质干扰;HLB 柱、C₁₈ 柱和 Prime HLB 柱对灭蝇胺和三聚氰胺的回收率均较低,在 50% 以下,其中 C₁₈ 柱对杂质净化效果不理想,灭蝇胺附近有干扰峰出现。因此选择 MCX 柱用于提取液的净化和富集。

随着氨水甲醇浓度增加,对灭蝇胺和三聚氰胺的洗脱能力逐渐增强,浓度达到 5% 后,灭蝇胺和三聚氰胺回收率基本不变,因此选择 5% 氨水甲醇作为 MCX 柱的洗脱液。随着氨水甲醇体积增加,洗脱效率逐渐增加,体积达到 3 mL 后,灭蝇胺和三聚氰胺回收率基本不变,因此选择 5 mL 5% 氨水甲醇洗脱灭蝇胺和三聚氰胺。

表 2 不同提取液对灭蝇胺和三聚氰胺的影响

Table 2 Influence of different extraction solvents on cyromazine and melamine

提取液	灭蝇胺		三聚氰胺	
	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
甲醇	67.5	6.3	61.2	7.9
乙腈	60.8	9.7	65.1	5.4
0.5% 甲酸甲醇	95.8	8.2	92.8	8.6
0.5% 甲酸乙腈	95.5	5.4	97.1	5.9
5% 三氯乙酸	77.7	7.1	82.2	3.7

2.2 色谱条件优化结果

6 种液相色谱柱除 TSKgel Amide-80 外,其他 5 种色谱柱均在 2 min 内出峰,不利于干扰物质的分离。因此,选择 TSKgel Amide-80 作为液相色谱柱。当流动相含有甲酸时,灭蝇胺及内标、三聚氰胺及内标的响应值受到抑制;流动相为甲醇时,出峰时间比乙腈早,因此选择乙腈-20 mmol/L 乙酸铵水溶

表 3 不同提取液体积对灭蝇胺和三聚氰胺的影响

Table 3 Influence of different volumes of extraction solvents on cyromazine and melamine

提取液 体积/mL	灭蝇胺		三聚氰胺	
	平均回 收率/%	RSD/%	平均回 收率/%	RSD/%
5	65.4	7.6	62.3	6.2
10	92.8	4.2	95.1	4.8
15	101.2	3.5	92.7	4.1
20	94.6	3.7	97.1	2.6

液作为流动相洗脱。优化色谱条件后,灭蝇胺及内标在 3.03 min 左右出峰、三聚氰胺及内标在 3.93 min 左右出峰,出峰时间合理,无干扰峰,峰形尖锐对称、具有较高的响应值,且基线较低,满足检测要求。

2.3 基质效应

采用优化后的方法同时检测鸡蛋、鸡肉,灭蝇胺在鸡蛋、鸡肉中的基质效应分别为 0.97 和 1.02,三聚氰胺在鸡蛋、鸡肉中的基质效应分别为 1.02 和 1.04,均无明显的基质抑制或增强效应,可以采用纯溶剂配制标准定量校正样品中的结果。

2.4 方法的检出限和定量限

灭蝇胺和三聚氰胺在 1.0~200.0 ng/mL 范围内线性关系良好,回归方程分别为 $y=0.081\ 46x+0.014\ 54$ 、 $y=0.003\ 91x+0.001\ 39$,相关系数分别为 0.999 5 和 0.999 6。灭蝇胺和三聚氰胺的检出限分别为 0.3 和 0.5 μg/kg,定量限分别为 1.0 和 1.5 μg/kg。

2.5 方法的加标回收率和精密度

灭蝇胺的平均加标回收率为 82.3%~103.1%,RSD 为 3.5%~5.8%;三聚氰胺的平均加标回收率为 78.6%~97.4%,RSD 为 3.6%~6.3%。2 种化合物的平均加标回收率和精密度良好。见表 4。

表 4 灭蝇胺和三聚氰胺的加标回收率和精密度 (n=6)

Table 4 Spiked recovery rates and precision of cyromazine and melamine (n=6)

加标浓度/ (μg/kg)	灭蝇胺		三聚氰胺	
	平均加标回收率/%	RSD/%	平均加标回收率/%	RSD/%
1.0	82.3	5.8	78.6	6.3
20.0	103.1	3.5	95.8	4.2
150.0	93.7	4.1	97.4	3.6

2.6 实际样品检测结果

灭蝇胺在 6 份样品中检出,其中鸡蛋 1 份,含量为 322.4 μg/kg,鹌鹑蛋 5 份,平均含量为 638.3 μg/kg,超过限量值 0.3 mg/kg (GB 2763—2021

《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》^[9]);三聚氰胺在5份样品中检出,其中鸡蛋1份,含量为31.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 鹌鹑蛋4份,平均含量为133.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$,未超过限量值2.5 mg/kg (《关于三聚氰胺在食品中的限量值的公告》2011年第10号^[10])。未在鸡肉样品中检出灭蝇胺和三聚氰胺。

3 讨论

本研究通过优化提取液、固相萃取柱类型及洗脱条件、色谱柱及流动相等参数,成功建立了超高效液相色谱-串联质谱法同时检测禽蛋、鸡肉中灭蝇胺和三聚氰胺的方法。方法学验证结果表明,灭蝇胺和三聚氰胺在1.0~200.0 ng/mL 范围内线性关系良好,检出限分别为0.3和0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$;平均加标回收率为78.6%~103.1%,RSD为3.5%~6.3%。

灭蝇胺和三聚氰胺均为极性化合物,根据相似相溶原理,本研究对比了甲醇、乙腈、0.5%甲酸甲醇、0.5%甲酸乙腈和5%三氯乙酸的提取效率。结果表明,加入甲酸后提取效率明显提升,可能因为灭蝇胺和三聚氰胺属于碱性化合物,在酸性环境下溶解度增加。本研究中5%三氯乙酸的提取效率接近80%,与田培等^[7]、刘超等^[11]研究结果一致。然而,本研究发现0.5%甲酸乙腈的提取效率高于5%三氯乙酸,因此本研究选用0.5%甲酸乙腈为提取液。

禽蛋、鸡肉中含有大量蛋白质和脂类,干扰目标化合物的测定^[12]。本研究采用MCX柱处理后,样品无明显基质效应,且目标化合物回收率较高。MCX柱通过反向作用去除脂类,同时利用疏水和静电作用去除蛋白质杂质,从而实现净化和除杂的效果。灭蝇胺和三聚氰胺的氨基与MCX柱的苯磺酸基发生强阳离子交换作用,而其分子中的氮杂环则与MCX柱的疏水基质产生反向作用,因而使灭蝇胺和三聚氰胺在MCX柱上得以有效保留。

在MCX柱吸附过程中,化合物在洗脱液pH值大于其酸度系数2个单位时才能被洗脱,因此通常用氨水甲醇作为洗脱液。氨水提供高pH环境,使灭蝇胺和三聚氰胺去质子化,从而使其从MCX柱上释放;甲醇作为强极性溶剂,进一步削弱了灭蝇胺和三聚氰胺在MCX柱上的疏水作用。本研究通过试验条件优化,确定了5 mL 5%氨水甲醇适合同时洗脱灭蝇胺和三聚氰胺,实现了高效洗脱和回收。

灭蝇胺和三聚氰胺通常采用 C_{18} 色谱柱和亲水色谱柱进行分离^[13-14],但这些色谱柱在实际应用中存在出峰时间过早的问题。灭蝇胺和三聚氰胺分子极性

大,在 C_{18} 色谱柱上保留效果不佳;而在亲水色谱柱上虽然能够有效保留,但其分离效果受填料类型、粒径和孔径等因素影响。经对比后最终选用TSKgel Amide-80 (2.0 mm $\times$ 150 mm, 5 μm)色谱柱,目标化合物出峰时间均可控制在2.5 min之后,且峰形良好。

本研究通过优化方法同时测定禽蛋、鸡肉中的灭蝇胺和三聚氰胺,具有前处理简单、回收率高和精密度高等优点,且线性范围宽。该方法显著节省了检测时间、人力和物力成本,提高了检测效率。经实际样品检测分析,方法具备良好的基质适用性、灵敏度和重现性,为禽蛋、禽肉中灭蝇胺和三聚氰胺的检测和监督提供了方法支持。

参考文献

- [1] 洪臣熙,陈涛.超高效液相色谱-质谱联用法测定禽蛋中灭蝇胺含量[J].海峡预防医学杂志,2022,28(4):54-57.
HONG C X, CHEN T. Determination of fenoxanil in poultry eggs by ultra-high performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Strait J Prev Med, 2022, 28 (4): 54-57. (in Chinese)
- [2] WU X Q, GE X S, LIANG S X, et al. A highly sensitive method for the determination of thiophanate methyl, cyromazine, and their metabolites in edible fungi by ultra-performance liquid chromatography using accelerated solvent extraction and cleanup with solid-phase extraction [J]. Food Anal Meth, 2014, 7 (4): 774-782.
- [3] RAI RAT T, OU S C, CHANG S K, et al. Plasma pharmacokinetics and tissue depletion of cyromazine and its metabolite melamine following oral administration in laying chickens [J]. J Vet Pharmacol Ther, 2017, 40 (5): 459-467.
- [4] 胡虎,盛宏强,马晓琼,等.三聚氰胺及其同系物三聚氰酸的生物学效应和毒理学研究进展[J].浙江大学学报(医学版),2008,37(6):544-550.
HU H, SHENG H Q, MA X Q, et al. Biological effects and toxicology studies of melamine and its derivative cyanuric acid [J]. Zhejiang Univ (Med Sci), 2008, 37 (6): 544-550. (in Chinese)
- [5] 谷翠梅,王丹.潍坊市售鸡蛋中灭蝇胺残留水平分析[J].食品安全导刊,2022(2):66-69.
GU C M, WANG D. Analysis of residual levels of cyromazine in eggs sold in Weifang [J]. China Food Saf Mag, 2022 (2): 66-69. (in Chinese)
- [6] 杨大伟,吴启,王学伟,等.兽用环丙氨嗪管理现状[J].中国家禽,2010,32(13):51-52.
YANG D W, WU Q, WANG X W, et al. Management status of cyclopropylamine for veterinary use [J]. China Poult, 2010, 32 (13): 51-52. (in Chinese)
- [7] 田培,赵慧宇,刘之炜,等.杨梅中灭蝇胺及其代谢物检测方法 with 风险评估[J].浙江农业学报,2021,33(3):534-540.
TIAN P, ZHAO H Y, LIU Z W, et al. Analysis and risk assessment of cyromazine and its metabolites in bayberry [J]. Acta Agric Zhejiangensis, 2021, 33 (3): 534-540. (in Chinese)

- [8] 潘建忠, 李坚, 张文, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中灭蝇胺残留量 [J]. 现代食品, 2024, 30 (9): 151-154.
PAN J Z, LI J, ZHANG W, et al. Determination of cyromazine residues in vegetables by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Mod Food, 2024, 30 (9): 151-154. (in Chinese)
- [9] 中华人民共和国国家卫生健康委员会, 中华人民共和国农业农村部, 国家市场监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量: GB 2763—2021 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2021. National Health Commission of the People's Republic of China, Ministry of Agriculture and Rural Affairs of the People's Republic of China, State Administration for Market Regulation. National food safety standard: Maximum residue limits for pesticides in food: GB 2763—2021 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2021. (in Chinese)
- [10] 中华人民共和国卫生部, 中华人民共和国工业和信息化部, 中华人民共和国农业部, 等. 关于三聚氰胺在食品中的限量值的公告 (2011 年第 10 号) [EB/OL]. [2025-05-09]. <http://www.cnfood.com/news/show-14609.html>.
- [11] 刘超, 景赞, 吕雪梅. 2 种方法检测乳粉中三聚氰胺的探讨及改进 [J]. 食品工业, 2023, 44 (4): 142-145.
LIU C, JING Z, LYU X M. Discussion and improvement of two methods for the determination of melamine in milk powder [J]. Food Ind, 2023, 44 (4): 142-145. (in Chinese)
- [12] 魏紫嫣, 方芳, 孙志文, 等. QuEChERS-UPLC/MS-MS 同时测定鸡肉、鸡蛋、鸡肝中 9 种硝基咪唑类药物残留量 [J]. 中国饲料, 2024 (23): 367-373, 381.
WEI Z Y, FANG F, SUN Z W, et al. Simultaneous determination of 9 nitroimidazole drug residues in chicken meat, chicken eggs and chicken livers by QuEChERS-UPLC / MS-MS [J]. China Feed, 2024 (23): 367-373, 381. (in Chinese)
- [13] 汪春明, 乐粉鹏, 赵鑫, 等. QuEChERS-同位素内标-高效液相色谱-串联质谱法测定果蔬中灭蝇胺残留 [J]. 食品科技, 2022, 47 (5): 309-316.
WANG C M, YUE F P, ZHAO X, et al. Determination of cyromazine in the fruits and vegetables by QuEChERS-internal standard-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Sci Technol, 2022, 47 (5): 309-316. (in Chinese)
- [14] 李潇舟, 文娟, 丁丽姿. 高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中灭蝇胺残留量的方法探讨 [J]. 食品科技, 2022, 47 (4): 329-334.
LI X Z, WEN J, DING L Z. Determination of cyromazine residues in egg by QuEChERS-HPLC-MS / MS [J]. Food Sci Technol, 2022, 47 (4): 329-334. (in Chinese)
- 收稿日期: 2025-02-13 修回日期: 2025-05-09 本文编辑: 周琪鑫

(上接第 750 页)

- 平及其影响因素 [J]. 中国职业医学, 2023, 50 (3): 241-247.
SUN Y Y, SUN X, WAN X, et al. Occupational health literacy level and its influencing factors among key populations in China in 2022 [J]. Chin Occup Med, 2023, 50 (3): 241-247. (in Chinese)
- [10] 雷钧艳, 尹顺, 王令, 等. 2022 年重庆市涪陵区企业重点人群职业健康素养水平及其影响因素分析 [J]. 职业卫生与病伤, 2024, 39 (5): 271-277.
LEI J Y, YIN Q, WANG L, et al. Analysis of occupational health literacy level and its influencing factors among key populations of enterprises in Fuling District of Chongqing 2022 [J]. Occup Health Damage, 2024, 39 (5): 271-277. (in Chinese)
- [11] 曾东, 陈龙, 张丹华, 等. 快递外卖行业人群的职业健康素养水平及其影响因素 [J]. 现代疾病预防控制, 2024, 35 (12): 907-911, 921.
ZENG D, CHEN L, ZHANG D H, et al. The occupational health literacy level and its influencing factors of the population in the take-out express delivery industry [J]. Mod Dis Control Prev, 2024, 35 (12): 907-911, 921. (in Chinese)
- [12] 何文蕾, 杨军红, 贺瑶瑶, 等. 贵州省 2022 年职业人群职业健康素养水平与影响因素分析 [J]. 中国职业医学, 2023, 50 (4): 394-398, 404.
HE W L, YANG J H, HE Y Y, et al. Analyzing the occupational health literacy and its influencing factors among occupational populations in Guizhou Province, 2022 [J]. Chin Occup Med, 2023, 50 (4): 394-398, 404. (in Chinese)
- [13] 付文娟, 戴霞云, 沈洪春, 等. 武汉市第二产业 6 个行业重点人群职业健康素养水平及其影响因素 [J]. 职业与健康, 2025, 41 (1): 82-86.
FU W J, DAI X Y, SHEN H C, et al. Occupational health literacy and its influencing factors among key groups in six industries of secondary industry in Wuhan City [J]. Occup and Health, 2025, 41 (1): 82-86. (in Chinese)
- [14] 曾垂焕, 曾靖雯, 柯宗枝. 2022 年福建省第二产业 4 类行业职业人群健康素养水平及影响因素分析 [J]. 预防医学论坛, 2023, 29 (12): 924-928.
ZENG C H, ZENG J W, KE Z Z, et al. Analysis on health literacy level and influencing factors of occupational population in the four categories of secondary industry in Fujian province in 2022 [J]. Prev Med Trib, 2023, 29 (12): 924-928. (in Chinese)
- 收稿日期: 2025-02-25 修回日期: 2025-07-01 本文编辑: 郑敏