

牛可食性组织中氨丙啉残留量的测定

GB-31613.1-2021

1、适用范围

适用于牛肌肉、肝脏、肾脏和脂肪中氨丙啉残留量的检测。（本实验样品采用牛肌肉、牛脂肪）

参考标准：《GB-31613.1-2021 食品安全国家标准 牛可食性组织中氨丙啉残留量的测定 液相色谱—串联质谱法和高效液相色谱法 方法一》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：准确称取适量盐酸氨丙啉标准品，用甲醇溶解，配制成浓度为 100 μ g/mL 的标准储备液。
- 2) 标准工作液：准确移取标准储备液 100 μ L，用初始流动相稀释并定容至 10mL，得到浓度为 1 μ g/mL 的标准工作液。
- 3) 磷酸盐缓冲液（pH 6.0）：取磷酸氢二钾 2.0g、磷酸二氢钾 8.0g，加水溶解并稀释至 1000mL。
- 4) 0.1% 甲酸溶液：取甲酸 1mL，用水稀释至 1000mL，混匀。
- 5) 0.1% 甲酸溶液-甲醇（90:10）：取 0.1% 甲酸溶液 900mL、甲醇 100mL，混匀。

3、提取步骤

牛肌肉、肝脏和肾脏：

取试料 2g（准确至 \pm 0.02g），加磷酸盐缓冲液 10.0mL，10000r/min 均质 1min，8000r/min 离心 5min，收集上清液，残渣加磷酸盐缓冲液 10.0mL，重复提取一次，合并上清液，备用。



牛脂肪：

取试料 2g（准确至±0.02g），加乙腈 10.0mL，10000r/min 均质 1min，8000r/min 离心 5min，取上清液于 50mL 塑料离心管中，残渣加乙腈 10.0mL，重复提取一次，合并 2 次上清液，于 50℃ 水浴中氮吹至干，用磷酸盐缓冲液 20.0mL 溶解残余物，备用。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP，规格：60mg/3mL。

活化：3mL 甲醇、3mL 水，弃去；

上样：取 5mL 备用液过柱，弃去；

淋洗：3mL 水，弃去并挤至近干；

洗脱：2mL 甲醇洗脱，压干并收集于离心管中；

复溶：将收集液体于 40℃ 水浴氮气吹干，用 0.1% 甲酸溶液-甲醇（90:10）1.0mL 溶解残余物，过 0.22μm 滤膜，液相色谱-串联质谱仪测定。

5、注意事项

加标水平：2.0g 样中加入 0.1mL 1μg/mL 标准工作液，因此加标水平为 50μg/kg，最终机度数为 25ng/mL。

本实验标准品溶液用空白基质溶液进行配置。

6、色谱条件

6.1 UPLC 条件



色谱柱：Ultimate XB-C18 2.1×150mm, 3μm

保护柱柱芯：Ultimate XB-C18, 柱芯: 3μm, 120Å, 2.1×10mm

流动相：0.1%甲酸水溶液-甲醇（90:10）

柱温：30°C；流速：0.2mL/min；进样体积：2μL

6.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI）；

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：多反应监测（MRM）模式；

离子喷雾电压：5500 V；离子源温度：500°C；

气帘气（CUR）10 psi；雾化气（GS1）55 psi；辅助气（GS2）50 psi。

其他质谱参数见表 2

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500

表 1 多反应监测模式（MRM）参数

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能 CE/V
氨丙啉	243.3	150.1*	20
		93.7	20

7、色谱图或者加标回收率结果



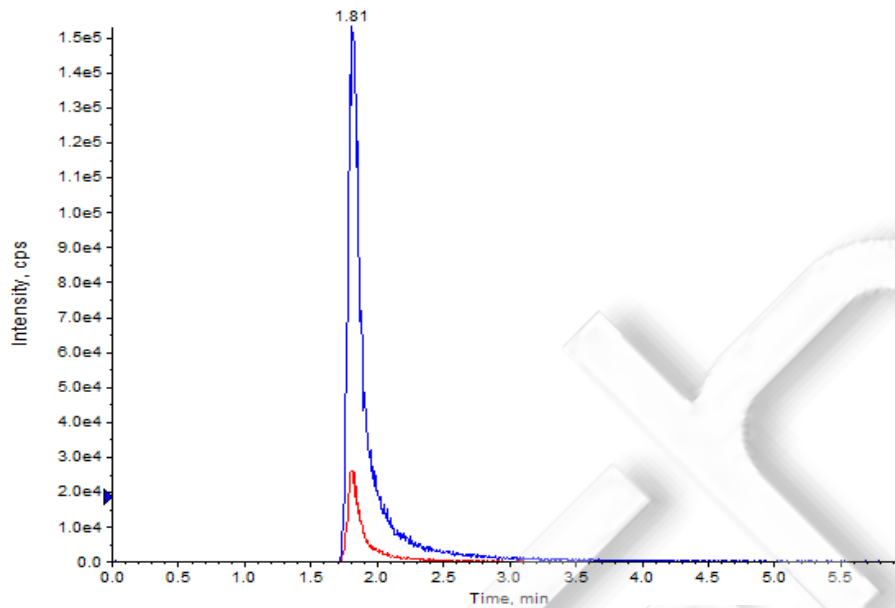


图 1. 牛肌肉基质混合对照溶液 25ng/mL 图谱

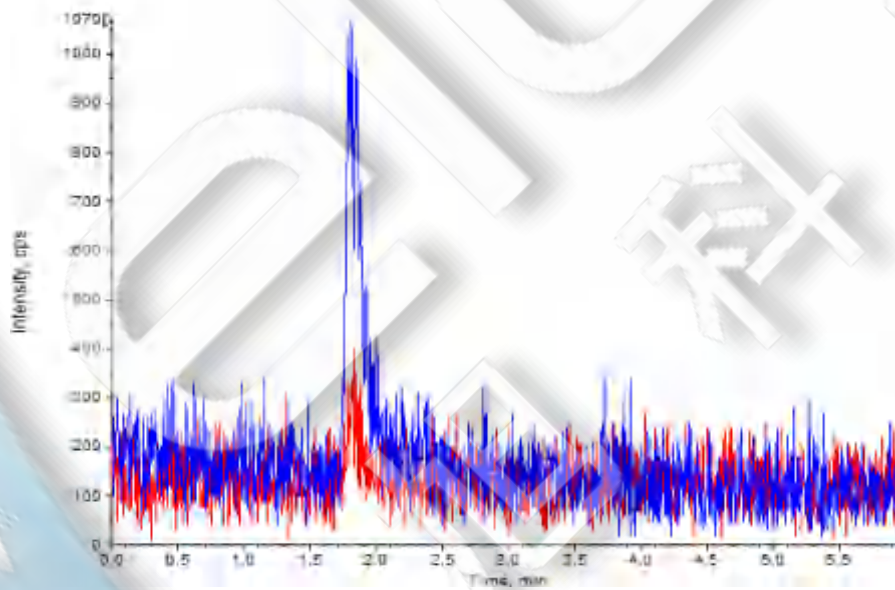


图 2. 牛肌肉样品空白图谱



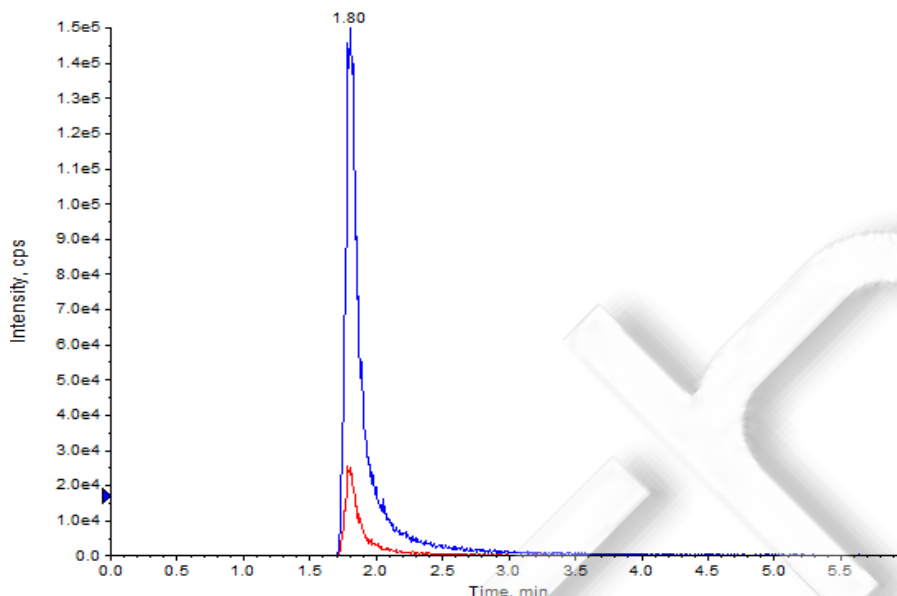


图 3. 牛肌肉样品加标 50 μ g/kg 图谱

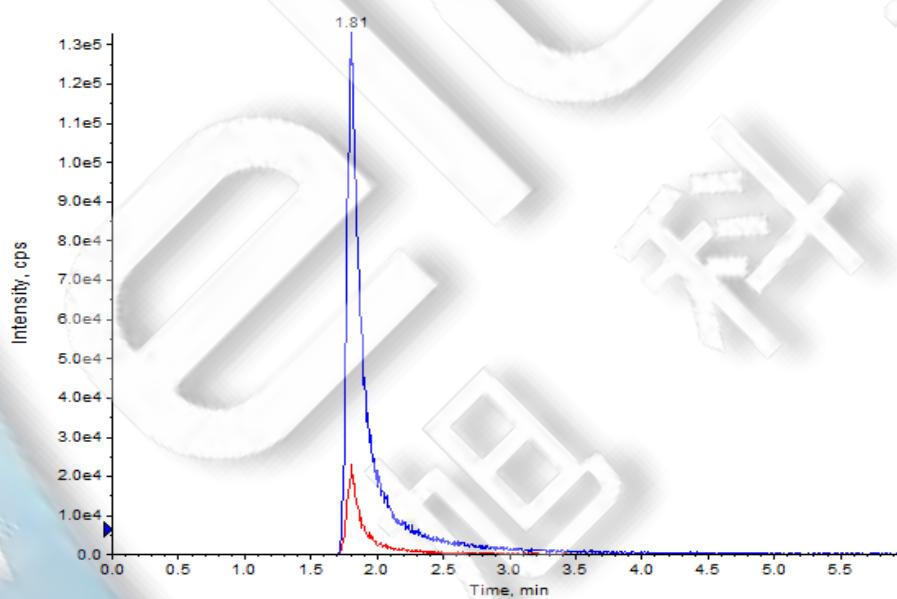


图 4. 牛脂肪基质混合对照溶液 25ng/mL 图谱



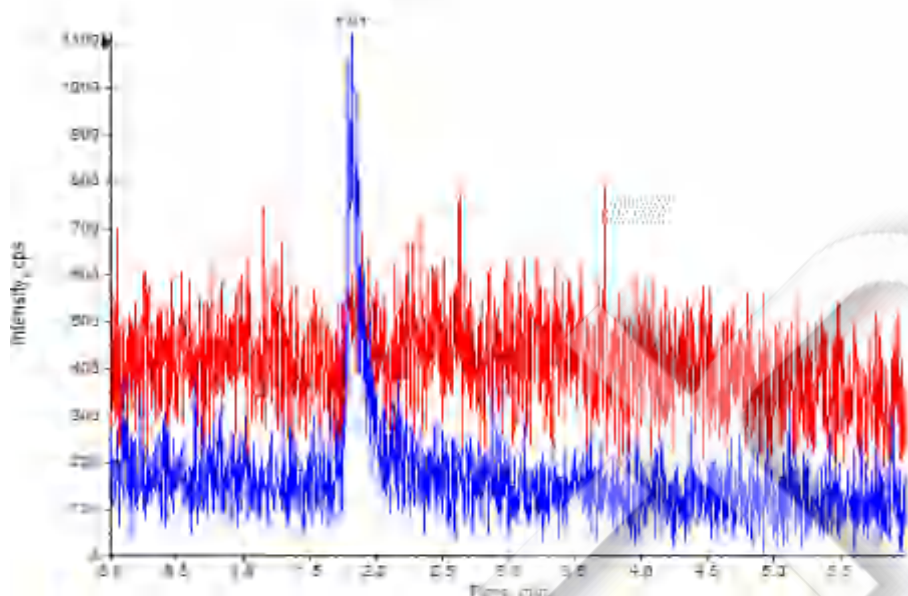


图 5.牛脂肪样品空白图谱

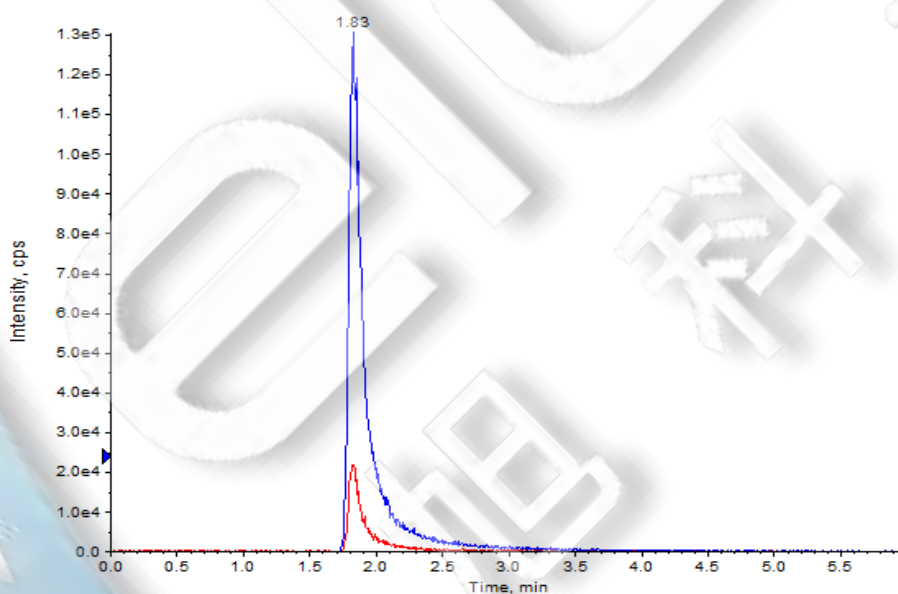


图 6. 牛脂肪样品加标 50µg/kg 图谱

表 2. 加标回收率表（加标水平为 50µg/kg）

样品名称	平均回收率	RSD 值
牛肌肉	100.45%	8.55%
牛脂肪	109.03%	8.17%



8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20009	SPE 小柱	Welchrom® BRP,60mg/3mL,50pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,50mL,50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,15mL,50/包
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫,9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-21014	液相色谱柱	Ultimate XB-C18, 3 μ m, 2.1 \times 150mm
00808-23001	保护柱柱芯	Ultimate XB-C18, 柱芯: 3 μ m,120 \AA , 2.1 \times 10mm
00826-A180P250	盐酸氨丙啉标准品	盐酸氨丙啉: CAS No.:137-88-2,250mg

