

饲料中苯乙醇胺 A 的测定 高效液相色谱-串联质谱法

农业部 1486 号公告-1-2010

1、适用范围

适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中苯乙醇胺 A 的测定。（本实验用配合饲料）

参考标准：《农业部 1486 号公告-1-2010 饲料中苯乙醇胺 A 的测定 高效液相色谱-串联质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 提取液-甲酸甲醇溶液：0.2mL 甲酸加水稀释至 200mL,混匀。
- 2) 0.1%甲酸溶液：0.4mL 甲酸加水稀释至 400mL,混匀。
- 3) 稀释液：0.1%甲酸溶液 45mL,加 5mL 乙腈，混匀。
- 4) 5%氨化甲醇：2.5mL 氨水加甲醇稀释至 50mL，混匀。
- 5) 标准储备液（1000 μ g/mL）：精确称量 1mg 苯乙醇胺 A 至离心管，用甲醇定容至 1mL。
- 6) 标准中间液（10 μ g/mL）：吸取标准储备液 0.01mL 至进样瓶，加 0.99mL 甲醇。
- 7) 标准工作液（1 μ g/mL）：吸取标准中间液 0.1mL 至进样瓶，加 0.9mL 甲醇。

3、提取步骤

称取 2g 饲料（精确至 0.0001g），置于 50mL 离心管中，准确加入 10mL 提取液，旋涡振荡 1min，超声 10min，于 5000r/min 离心 5min，取上清液于 50m 离心管中，残渣再用 5mL 提取液提取两次，合并上清液，备用。



4、净化步骤

SPE 柱：Welchrom® P-SCX,60mg/3mL

活化：3mL 甲醇；3mL 水；

上样：5mL 待净化液上样；

淋洗：3mL 水，3mL 甲醇；

洗脱：3mL 5%氨化甲醇溶液，收集，抽干；

复溶：40℃氮气吹近干，稀释液定容至 1mL，过 0.22 μm 滤膜，待测。

5、注意事项

5.1、加标水平：在 2g 样中精确加入 40μL 的 1mg/L 苯乙醇胺 A 标准工作液，加标水平为 20μg/kg，浓度为 10μg/L。

5.2、提取液量不变，提取次数增加，提取效果更好。

5.3、氮吹温度从 50℃降低到 40℃，回收率增加 20%。

5.4、氮吹由吹干改成吹近干，损失减少，回收率高。

6、色谱条件

6.1、 色谱条件

色谱柱：Ultimate XB-C18, 3μm, 2.1×150mm

柱温：30℃；

流速：0.2mL/min；

进样体积：2μL；

流动相：A-0.1%甲酸溶液；B-乙腈



表 1 流动相梯度洗脱条件

时间, min	A%	B%
0	95	5
9	40	60
9.1	95	5
12	95	5

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；

电离电压：3.0KV；

源温：120℃；

雾化温度：350℃；

锥孔气流速：50L/h；

雾化气流速：700L/h

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500。

其他质谱参数见表 2。

表 2 苯乙醇胺 A 的定性、定量离子对及碰撞能量的参考值



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能 CE/V
苯乙醇胺 A	345	327	20
		150*	20

7、色谱图或者加标回收率结果

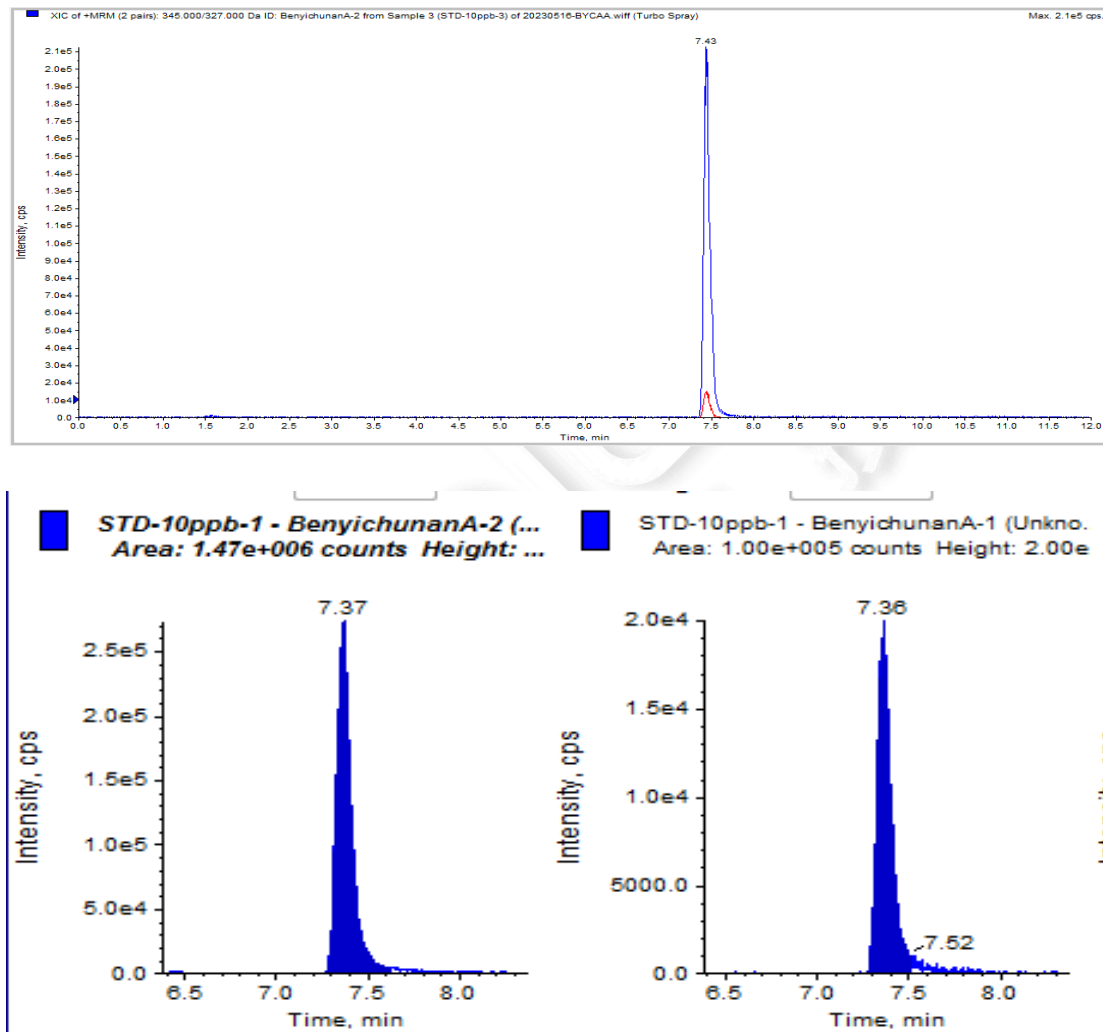


图 1. 溶剂标 10ng/mL 图谱



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

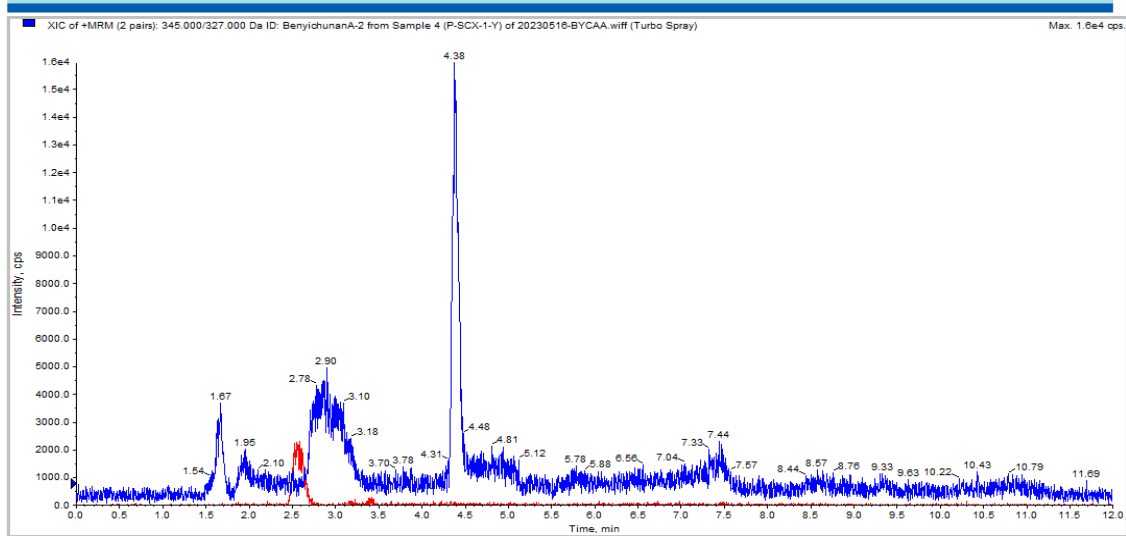


图 2.配合饲料样品空白图谱

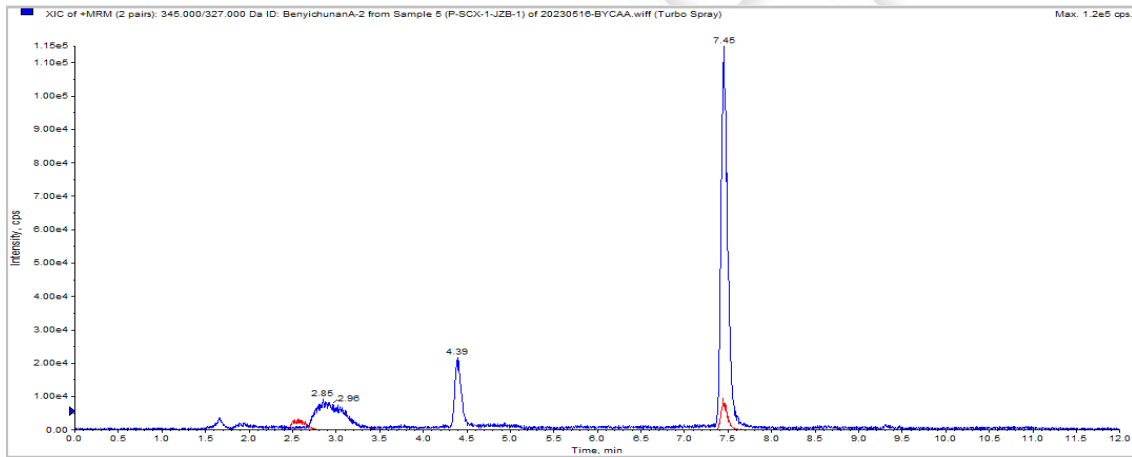


图 3.基质标 10ng/mL 图谱

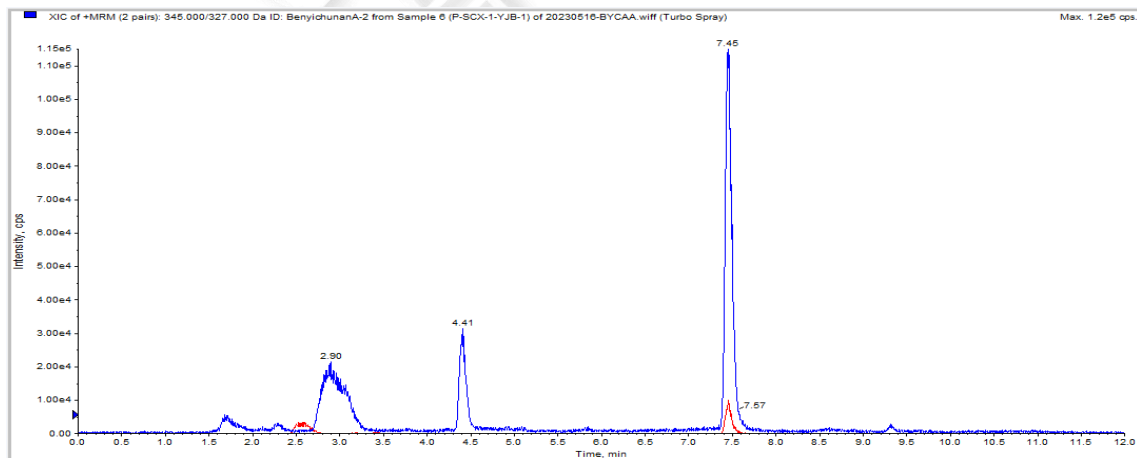


图 4.样加标 20µg/kg 图谱



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园,紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

表 3. 加标回收率表

加标水平	平均加标回收率	RSD(N≥4)
20μg/kg	99.24%	2.23%

7、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom® P-SCX,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	色谱柱	Ultimate XB-C18, 3μm, 2.1×150mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk



声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园, 紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel: 400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

E-mail: lingyuyu @welchmat.com