

## 原料乳及液态乳中舒巴坦的测定 BJS 201702

### 1、适用范围

本标准规定了原料乳及液态乳中舒巴坦的高效液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于原料乳及液态乳（酸奶除外）中舒巴坦的检测。（本实验用牛奶）

参考标准：《BJS 201702 原料乳及液态乳中舒巴坦的测定》

### 2、溶液的配制

- 1) 0.2% 乙酸水溶液：1mL 乙酸加入 500mL 水中，混合均匀。
- 2) 标准储备液(100 $\mu$ g/mL)：精确称量 0.1mg 舒巴坦至离心管，用水定容至 1mL。
- 3) 标准工作液(1 $\mu$ g/mL)：吸取标准储备液各 0.01mL 至进样瓶，加 0.99mL 水。

### 3、提取步骤

称取 5g 试样至 50mL 离心管，加入 15mL 0.2% 乙酸水溶液，涡旋均匀，超声提取 20min，加 0.2% 乙酸水溶液定容至 25mL，涡旋均匀，8000r/min 离心 10min，倾出上清液于另一 50mL 离心管内。

### 4、净化步骤

SPE 柱：Welchrom® BRP，500mg/6ml，30pk

活化：5mL 甲醇；5mL 0.2% 乙酸水溶液；

上样：10mL 待净化液上样；

淋洗：5mL 0.2% 乙酸水溶液，抽干；

洗脱：5mL 甲醇，收集，抽干；

复溶：40℃ 氮气至近干，用水定容至 2mL，过 0.22 $\mu$ m 滤膜，待测。

### 5、注意事项



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

5.1、加标水平：在 5g 样中精确加入 50 $\mu$ L 的 1mg/L 舒巴坦标准工作液，加标水平为 10 $\mu$ g/kg，浓度为 10 $\mu$ g/L。

## 6、色谱条件

### 6.1、 色谱条件

色谱柱：Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 $\mu$ m, 4.6 $\times$ 50mm

柱温：25 $^{\circ}$ C；

流速：0.3mL/min；

进样体积：2 $\mu$ L；

流动相：A-水；B-乙腈

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间, min	A%	B%
0.0	95	5
1.0	95	5
3.0	5	95
5.0	5	95
5.1	95	5
8.0	95	5

### 6.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI）；

扫描方式：负离子扫描；

检测方式：多反应监测（MRM）模式；



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

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 舒巴坦的定性、定量离子对及碰撞能量的参考值

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能 CE/V
舒巴坦	232.1	140.1*	-18
		64.0	-42

## 7、色谱图或者加标回收率结果



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

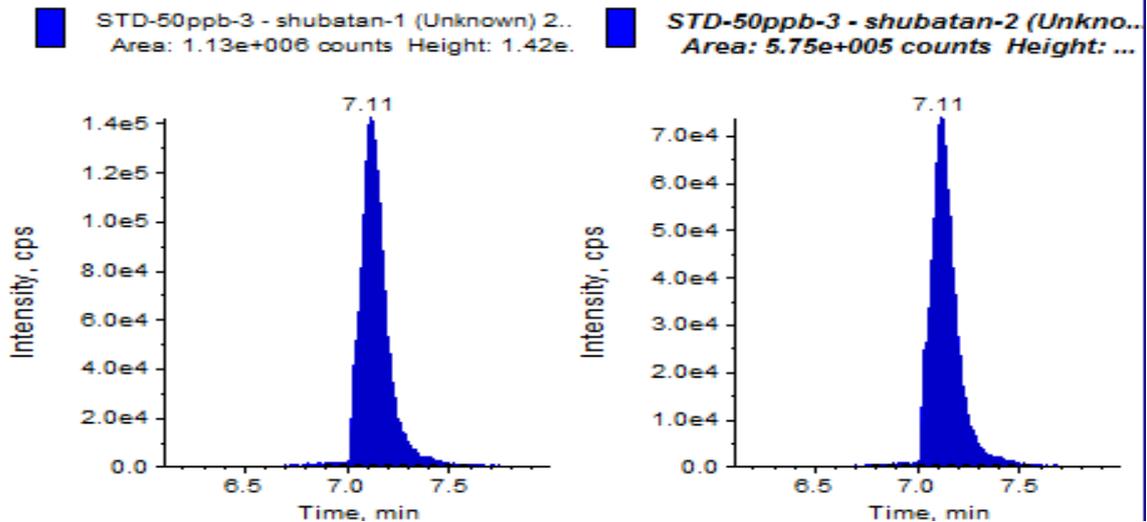


图 1. 溶剂标 10ng/mL 图谱

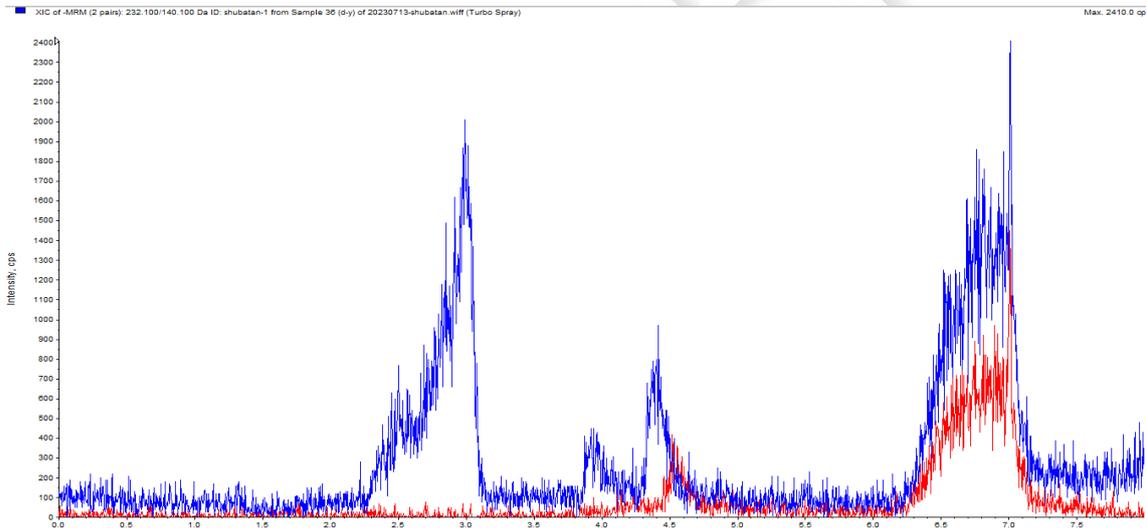


图 2. 牛奶样品空白图谱

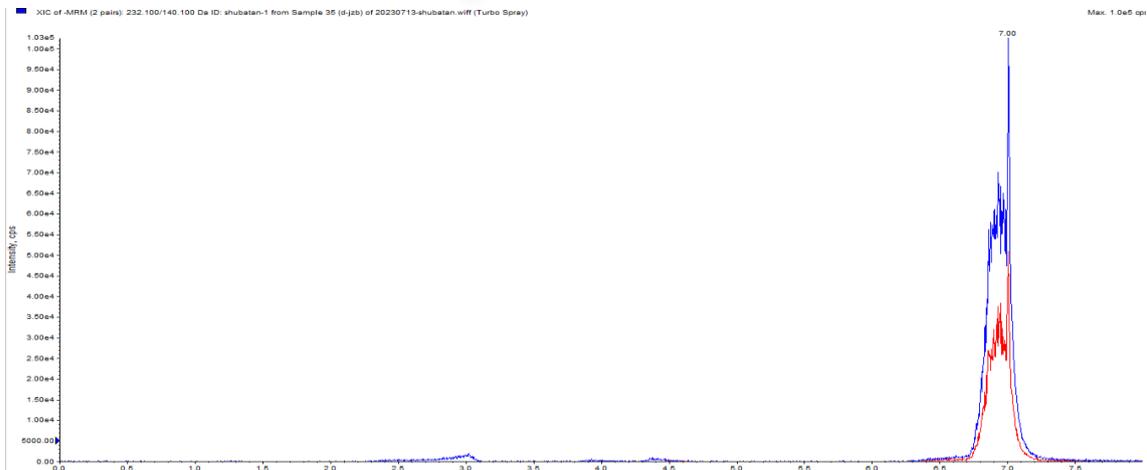


图 3. 牛奶基质标 10ng/mL 图谱

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



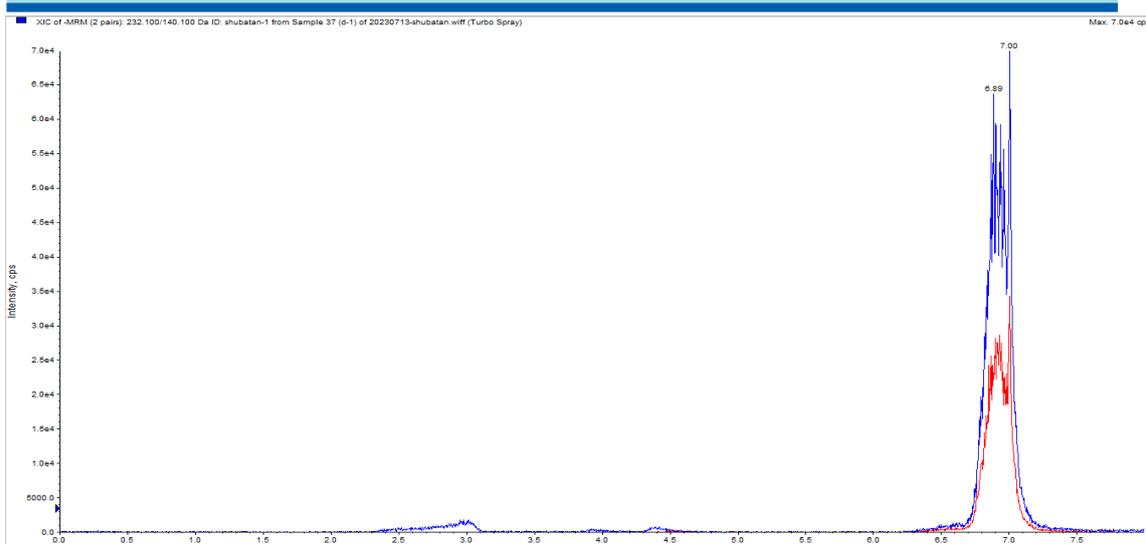


图 4.牛奶样加标 10 $\mu$ g/kg 图谱

表 3. 加标回收率表

样品	标品	加标水平	平均加标回收率	RSD(N $\geq$ 3)
牛奶	舒巴坦	10 $\mu$ g/kg	77.96%	1.09%

## 7、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20006	BRP 小柱	Welchrom® BRP, 500mg/6ml, 30pk
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



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

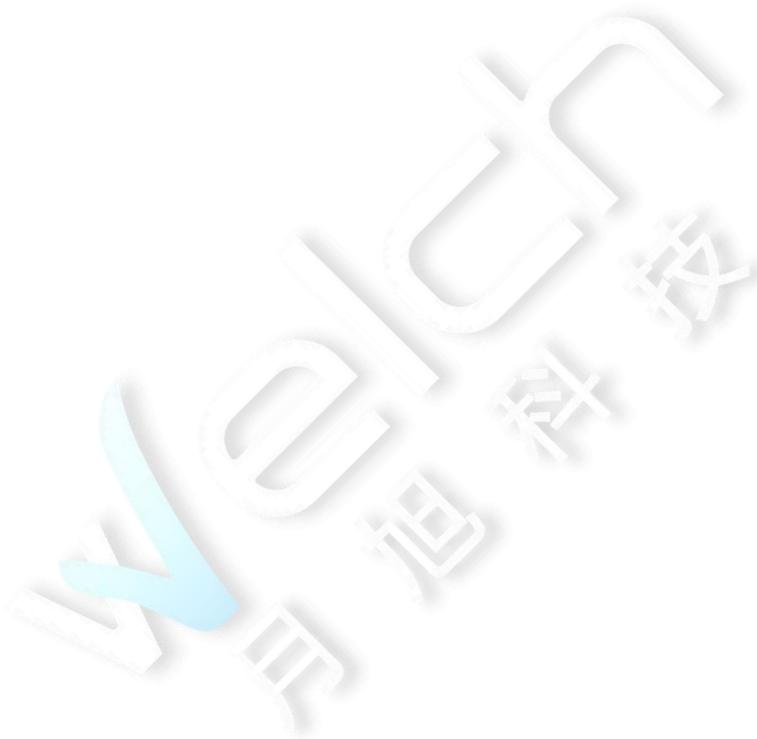
Tel: 400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

E-mail: lingyuyu @welchmat.com

00201-11037	色谱柱	Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 $\mu$ m, 4.6 $\times$ 50mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22 $\mu$ m,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