

# 食品安全国家标准 动物性食品中 5 种 $\alpha_2$ -受体激动剂 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

## GB 31660.6-2019

### 1、适用范围

适用于猪肌肉、肝脏、肾脏组织及鸡肌肉、肝脏组织中替扎尼定、赛拉嗪、溴莫尼定、安普乐定和可乐定残留量的测定。（本实验用鸡胸肉）

参考标准：《GB 31660.6-2019 食品安全国家标准 动物性食品中 5 种 $\alpha_2$ -受体激动剂残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 碳酸钠溶液：取无水碳酸钠 5.3g,用水溶解稀释至 50mL；
- 2) 碳酸氢钠溶液：取碳酸氢钠 4.2g，用水溶解稀释至 50mL；
- 3) 碳酸钠缓冲溶液：取碳酸钠溶液 45mL，碳酸氢钠溶液 5mL，混匀现配现用；
- 4) 甲酸-乙腈溶液：取甲酸 0.08mL，加水 40mL,加乙腈 10mL；
- 6) 5%氨化甲醇：2.5mL 氨水加甲醇稀释至 50mL，混匀。
- 7) 标准储备液（1000 $\mu$ g/mL）：替扎尼定、赛拉嗪、溴莫尼定、安普乐定和可乐定各精确称量 1mg 至离心管，用甲醇定容至 1mL。
- 8) 混合标准中间液（10 $\mu$ g/mL）：各吸取标准储备液 0.01mL 至进样瓶，加 0.95mL 甲醇。
- 9) 混合标准工作液（1 $\mu$ g/mL）：吸取混合标准中间液 0.1mL 至进样瓶，加 0.9mL 甲醇。



### 3、提取步骤

取试料 2g，于 50mL 离心管，加碳酸钠缓冲溶液 5mL，涡旋均匀，加乙酸乙酯 10mL，充分振荡，于 8000/min 离心 5min，取上清液于鸡心瓶中，下层溶液中加入乙酸乙酯 10mL 重复提取两次，合并三次上清液。于 50℃ 旋蒸至干，加甲酸-乙腈溶液 4mL 溶解残余物，备用。

### 4、净化步骤

SPE 柱：Welchrom® P-SCX,60mg/3mL

活化：3mL 甲醇；3mL 水；

上样：待净化液全部上样；

淋洗：3mL 水，3mL 甲醇，抽干；

洗脱：6mL 5% 氨化甲醇溶液，收集，抽干；

复溶：50℃ 旋蒸至干，甲酸-乙腈溶液 1mL 定容，过 0.22 $\mu$ m 滤膜，待测。

### 5、注意事项

5.1、加标量 50ppb：加标时需加入 1ppm 的混合标准工作液 50 $\mu$ L，加标水平为 25 $\mu$ g/kg，浓度为 50ng/mL。

5.2、加标量 10ppb：加标时需加入 1ppm 的混合标准工作液 10 $\mu$ L，加标水平为 5 $\mu$ g/kg，浓度为 10ng/mL。

5.3、提取次数从两次增加至三次，提取效果更好。

5.4、旋蒸温度从 60℃ 降低到 50℃，回收率更高。

### 6、色谱条件

#### 6.1、色谱条件

色谱柱：Ultimate XB-C18, 1.8 $\mu$ m, 2.1 $\times$ 100mm



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

柱温：30°C；

流速：0.3mL/min；

进样体积：2 $\mu$ L；

流动相：A-0.2%甲酸溶液；B-乙腈

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间, min	A%	B%
0.0	90	10
3.0	70	30
4.0	70	30
4.5	20	80
5.5	20	80
5.6	90	10

## 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°C；

雾化温度：350°C；

锥孔气流速：50L/h；

雾化气流速：700L/h

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



液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500。

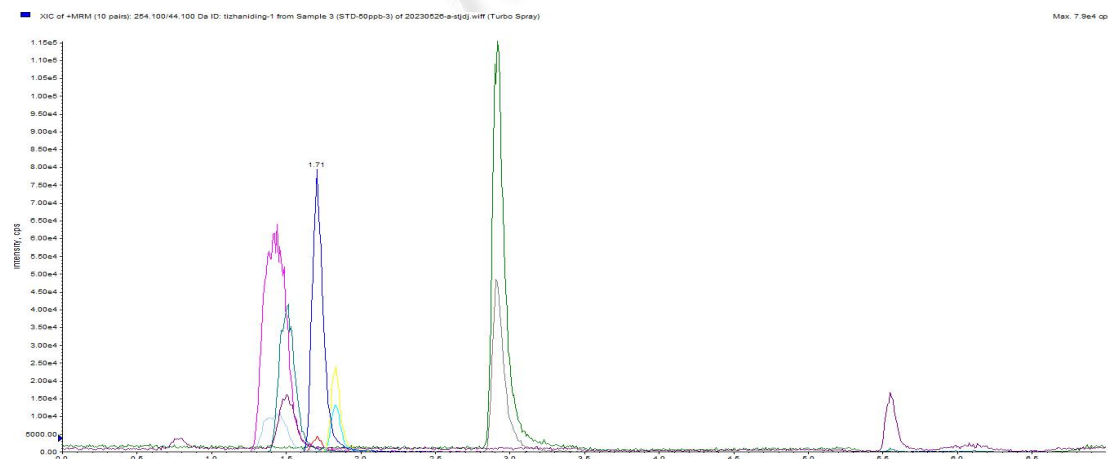
其他质谱参数见表 2。

表 2 5 种 $\alpha_2$ -受体激动剂的定性、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
替扎尼定	254.1	210.0	22
		44.1*	30
赛拉嗪	221.1	164.0	22
		90.0*	26
溴莫尼定	292.2	170.2	35
		212.3*	30
安普乐定	245.2	209.2	28
		174.2*	20
可乐定	230.0	160.0	34
		213.0*	24

## 7、色谱图或者加标回收率结果

### 7.1、添加量-50ppb



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

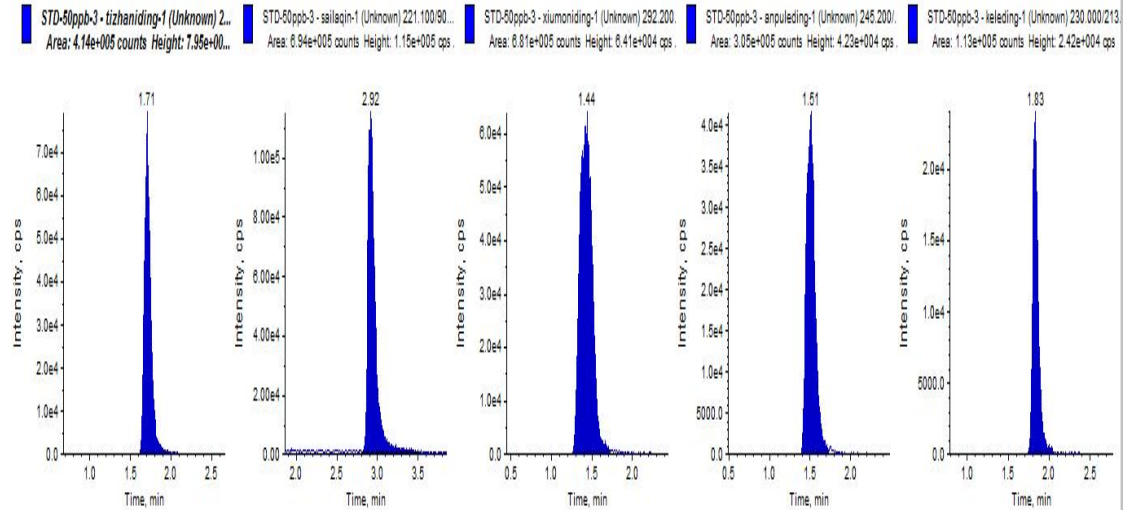


图 1. 溶剂标 50ng/mL 图谱

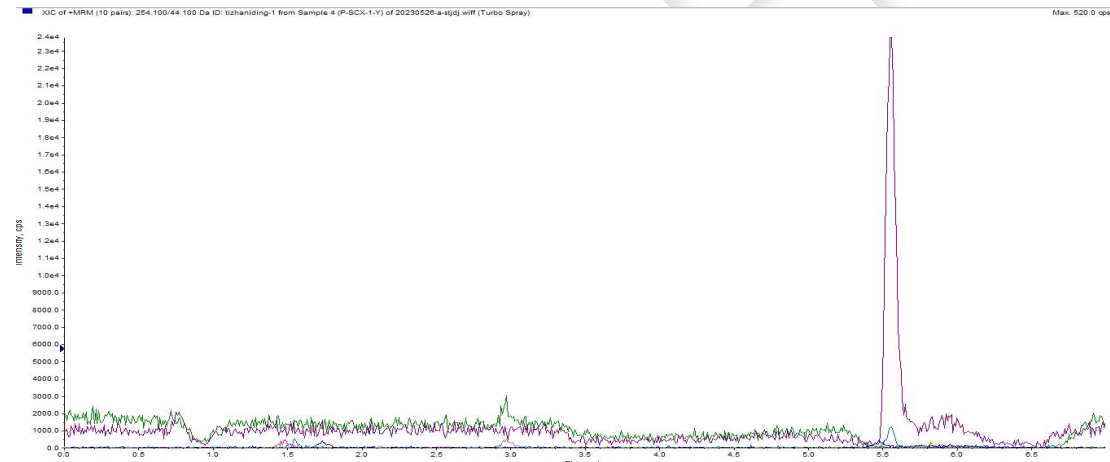


图 2. 鸡胸肉样品空白图谱

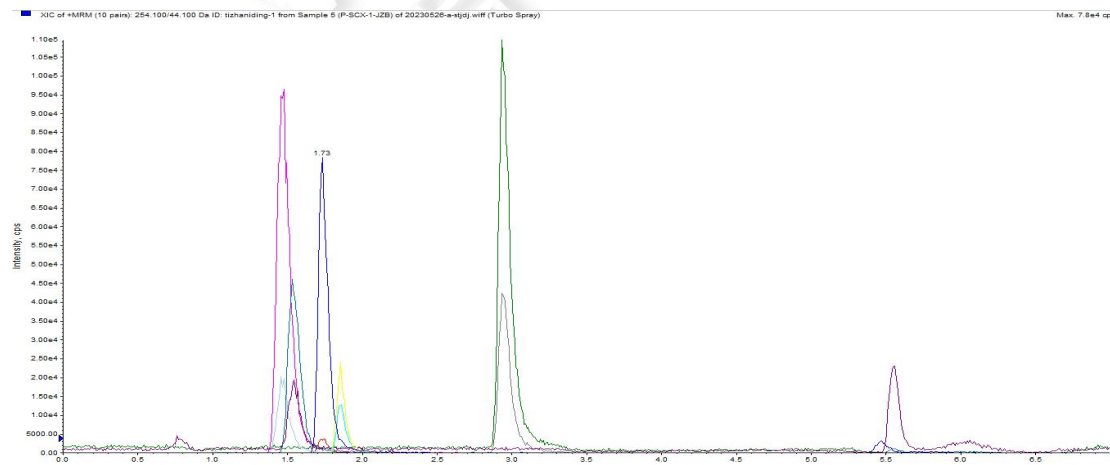


图 3. P-SCX 基质标 50ng/mL 图谱



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

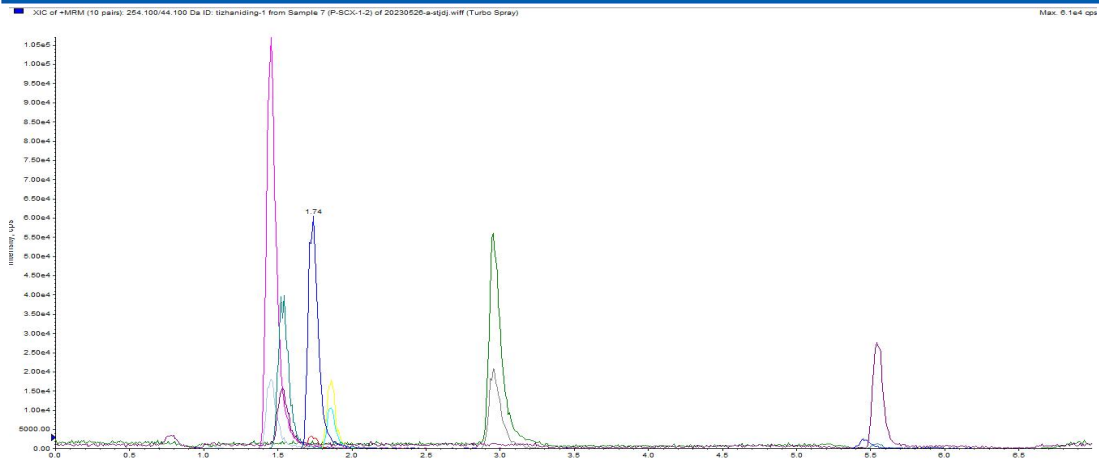


图 4.样加标 25µg/kg 图谱

### 7.1、添加量-10ppb

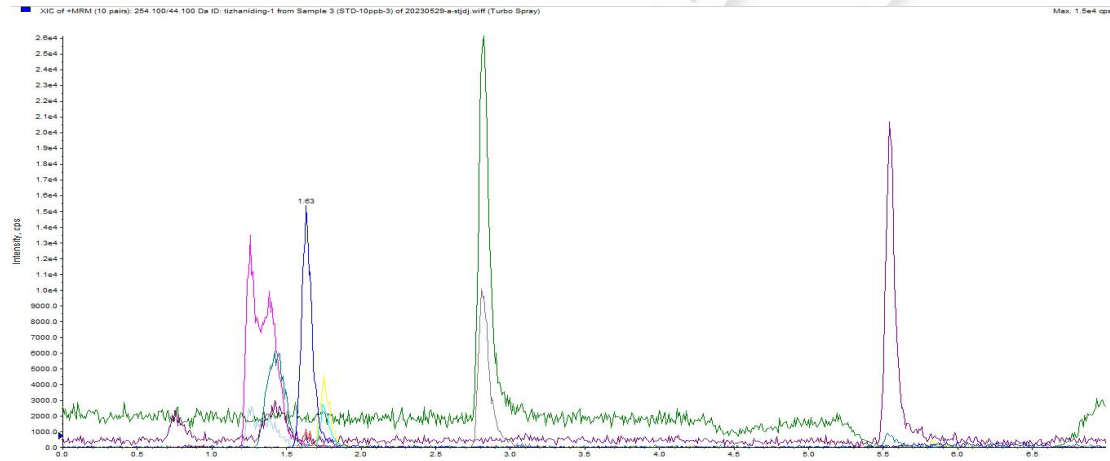


图 5. 溶剂标 10ng/mL 图谱

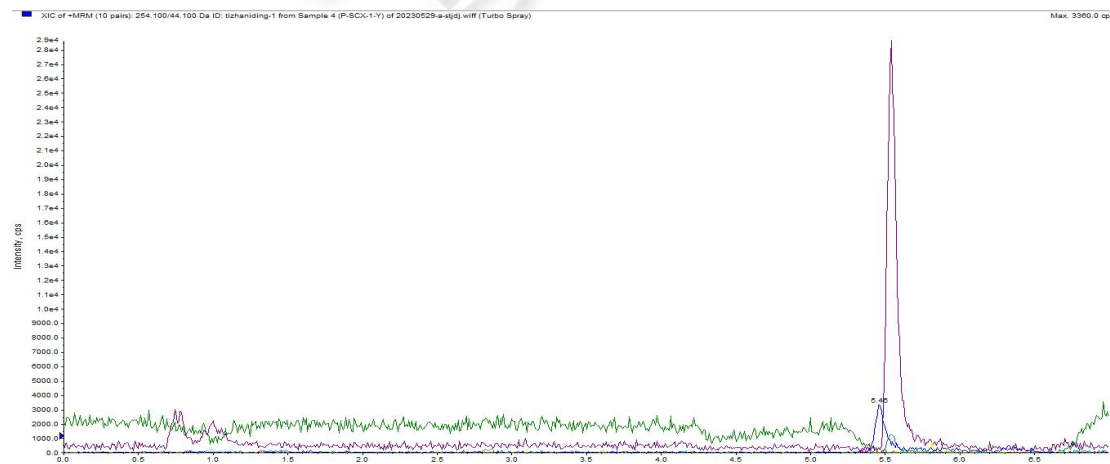


图 6.鸡胸肉样品空白图谱



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

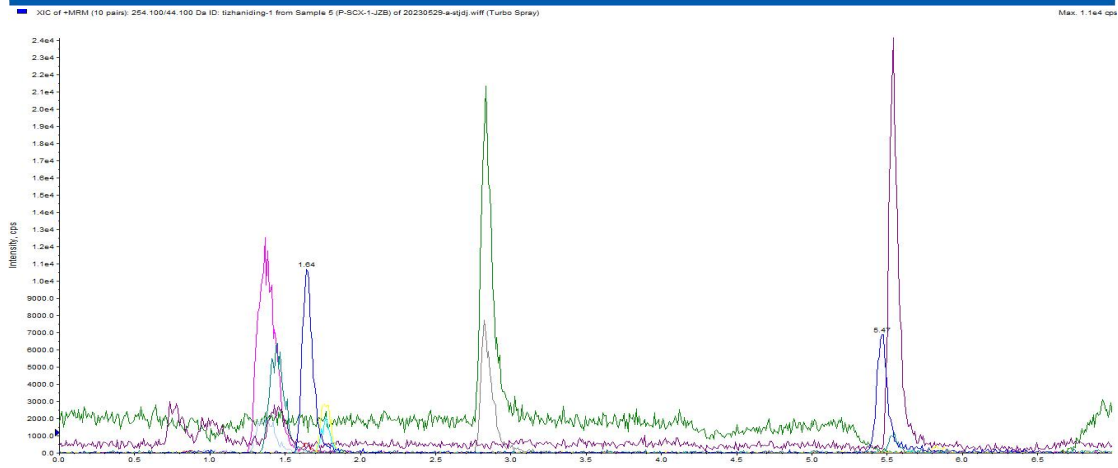


图 7.P-SCX 基质标 10ng/mL 图谱

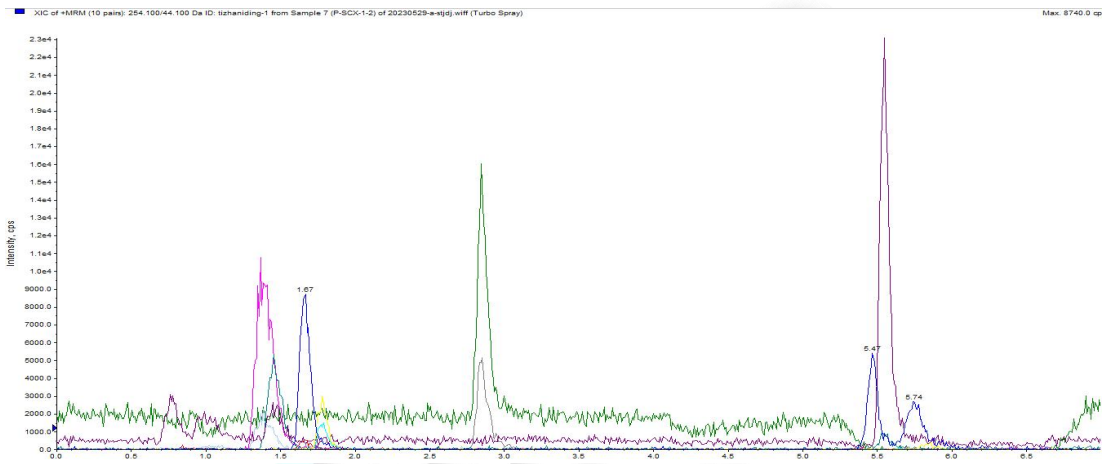


图 8.样加标 5µg/kg 图谱

表 3. 加标回收率表

加标水平	名称	平均加标回收率	RSD(N≥3)
25µg/kg	替扎尼定	78.36%	2.26%
	赛拉嗪	65.78%	2.94%
	溴莫尼定	83.44%	6.11%
	安普乐定	80.04%	4.03%
5µg/kg	替扎尼定	82.90%	1.64%
	赛拉嗪	66.36%	2.13%
	溴莫尼定	83.27%	0.66%

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



	安普乐定	75.92%	4.02%
	可乐定	81.56%	2.87%

## 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
00201-11012	UHPLC 色谱柱	Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 $\mu$ m, 2.1 $\times$ 100mm
U808-201-25	保护柱柱芯	Ultimate UHPLC XB-C18, 超高压柱芯: 2.1 $\times$ 5mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22 $\mu$ m,100pk

