

饲料中 4 种 β -受体激动剂的检测

1、适用范围

本标准规定了测定饲料中 4 种 β -受体激动剂的气相色谱-质谱法（GC-MS）（本实验样品为浓缩饲料）。

参考标准：农业部 1063 号公告-7-2008 饲料中 8 种 β -受体激动剂的检测 气相色谱-质谱法

2、溶液的配制

- 1) 衍生剂：双三甲基三氟乙酰胺（BSTFA）+三甲基氯硅烷（TMCS）=99:1
- 2) 乙酸钠缓冲液：称取 31.63g 三水合乙酸钠溶于水，加入 11.6mL 冰醋酸，pH 约为 4.8，用水稀释至 1L。
- 3) 1mol/L 乙酸溶液：移取 5.7mL 冰醋酸于 100mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。
- 4) 洗脱液：取 3.5mL 氨水于 100mL 容量瓶中，用乙酸乙酯定容至刻度，摇匀。
- 5) 标准储备溶液：准确称取 5.0mg 马布特罗、克伦特罗、沙丁胺醇、班布特罗盐酸盐标准品，用甲醇分别定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 标准储备液，标准储备溶液避光于 0~4 $^{\circ}$ C 保存。
- 6) 混合标准工作溶液：准确移取各标准储备液 20 μ L 用甲醇定容至 10mL，得到混合标准工作溶液 1 μ g/mL。

3、提取步骤



准确称取 2g 试样（精确至 0.01g）于 50 mL 离心管中，加入 20mL 乙酸钠缓冲溶液，涡旋混匀 1min，超声提取 20min，溶液通过定性滤纸过滤，收集 10mL 备用。

4、净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] P-SCX 小柱，规格：60mg/3mL。

活化：3mL 甲醇，3mL 水，弃去；

上样：准确吸取 2mL 试样溶液加至小柱，弃去；

淋洗：2mL 乙酸溶液，3mL 甲醇，弃去；

洗脱：3mL 洗脱液洗脱至 10mL 带盖玻璃试管衍生瓶中，压干；

将洗脱液于 40°C 下氮吹至干。

5、衍生

在衍生瓶中加入甲苯 100 μ L，衍生剂 100 μ L，充分涡旋混匀后，置 70°C 烘箱中，反应 1h。冷却至室温后上机测定。

6、注意事项

- 1) 加标水平：2g 样品中加入 200 μ L 混合标准工作液，因此加标水平为 0.1mg/kg，最终机度数为 0.1 μ g/mL。
- 2) 实验基质对目标物有影响，所以用空白基质后加标做对照。

7、色谱条件



7.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	250°C
升温程序	100°C, 保持 1min, 以 10°C/min 升温至 280°C, 保持 4min。
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min
进样量	1μL

7.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
电离能量	70eV
传输线温度	280°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	马布特罗：277.1/204.0/296.0/311.1 克伦特罗：262.0/212.0/243.0/277.0 沙丁胺醇：369.2/73.0/116.0/203.0 班布特罗：354.2/282.1/309.1/439.3
溶剂延迟	9min

8、色谱图或者加标回收率结果



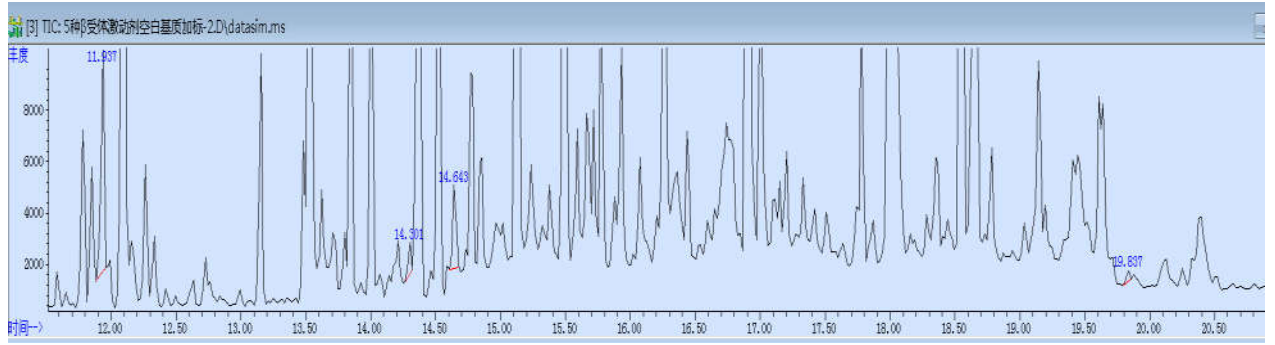


图 1. 4 种 β -受体激动剂空白基质后加标 0.1 μ g/mL 图谱

表 1、出峰情况

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
马布特罗	11.937	M	0.029	150669	11.886	11.958
克伦特罗	14.301	M	0.024	17394	14.265	14.319
沙丁胺醇	14.643	M	0.03	58762	14.605	14.677
班布特罗	19.837	M	0.032	7649	19.802	19.857

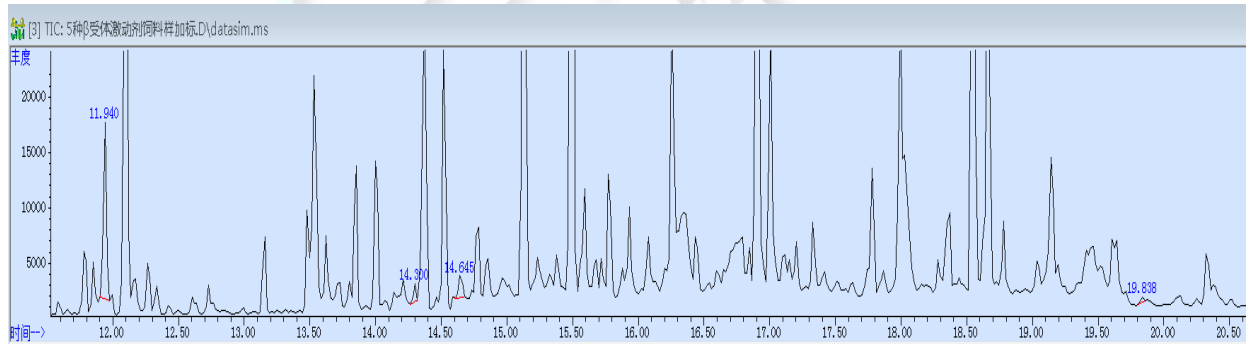


图 2. 饲料样品加标 0.1mg/kg 图谱

表 2、加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
马布特罗	0.1mg/kg	105.35%	3.31%
克伦特罗	0.1mg/kg	118.13%	4.74%
沙丁胺醇	0.1mg/kg	78.58%	3.40%



班布特罗	0.1mg/kg	110.18%	1.36%
------	----------	---------	-------

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom® P-SCX,60mg/3mL,50pk
00824-31001	固相萃取装置	Welch 固相萃取装置, 12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom® 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	Welchrom® 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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25µm
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50mL, 50/包
00826-M237P010	马布特罗标准品	A2S, CAS No.:56341-08-3,10mg
00826-C337P025	盐酸克伦特罗标准品	A2S, CAS No.:21898-19-1,25mg
00826-S099P010	沙丁胺醇标准品	A2S, CAS No.:18559-94-9,10mg
00826-B431P010	班布特罗盐酸盐标准品	A2S, CAS No.:81732-46-9,10mg

