

牛奶中赛拉嗪残留量的测定 GB-31659.1-2021

1、适用范围

适用于牛奶中赛拉嗪残留量的定性、定量检测。（本实验样品采用牛奶）

参考标准：《GB-31659.1-2021 食品安全国家标准 牛奶中赛拉嗪残留量的测定 液相色谱—串联质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液（1mg/mL）：准确称取标准品各适量，于10mL容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，配制成浓度均为100 μ g/mL的标准储备液。-18 $^{\circ}$ C以下保存，有效期3个月。
- 2) 标准中间液（10 μ g/mL）：准确移取1mg/mL的标准储备液0.1mL，用乙腈稀释至10mL，得到1 μ g/mL的混合标准中间液。2~8 $^{\circ}$ C以下保存，有效期1个月。
- 3) 标准工作液（100ng/mL）：准确移取10 μ g/mL的标准中间液0.1mL，用20%乙腈稀释至10mL，得到100ng/mL的标准工作液。2~8 $^{\circ}$ C以下保存，有效期1个月。
- 4) 2%甲酸甲醇溶液：取甲酸2mL，加甲醇稀释至100mL，混匀。
- 5) 0.5%氨水溶液：取浓氨水0.5mL，加水稀释至100mL，混匀。
- 6) 20%乙腈溶液：取乙腈200mL，加水稀释至1000mL，混匀。
- 7) 0.1%甲酸乙腈溶液：取甲酸0.1mL，加乙腈稀释至100mL，混匀。
- 8) 0.1%甲酸溶液：取甲酸0.1mL，加水稀释至100mL，混匀。



3、提取步骤

称取试料 2g（准确至±0.02g），加乙腈 8mL，涡旋混合 20s，振荡提取 5min，5°C 下 8000r/min 离心 5min，取上清液于 10mL 离心管，40°C 水浴氮气流下浓缩至小于 2mL，加 0.5% 氨水溶液 4mL，涡旋混合，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、3mL 0.5% 氨水溶液弃去；

上样：取备用液全部过柱，弃去；

淋洗：3mL 水，抽干；

洗脱：3mL 2% 甲酸甲醇溶液洗脱，压干并收集于离心管中；

复溶：将洗脱液于 40°C 水浴中氮气吹干，残余物中加入 20% 乙腈溶液 0.5mL，涡旋后超声溶解 5min，过 0.22μm 滤膜，供液相色谱-串联质谱仪测定。

5、注意事项

加标水平：2.0g 样中加入 0.05mL 100ng/mL 混合标准工作液，因此加标水平为 2.5μg/kg，最终机度数为 10μg/L。

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 UHPLC XB-C18, 1.8μm, 2.1×50mm



流动相：A: 0.1%甲酸溶液； B: 0.1%甲酸乙腈溶液

柱温：30℃； 流速：0.3mL/min； 进样体积：2μL

梯度洗脱程序：见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A 相/%	B 相/%
0.00	95	5
2.50	50	50
2.51	0	100
3.00	0	100
3.01	95	5
4.50	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；

离子喷雾电压：5500 V； 离子源温度：500℃；

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 2 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
赛拉嗪	221.1	90.1*	25
		164.0	25

7、色谱图或者加标回收率结果

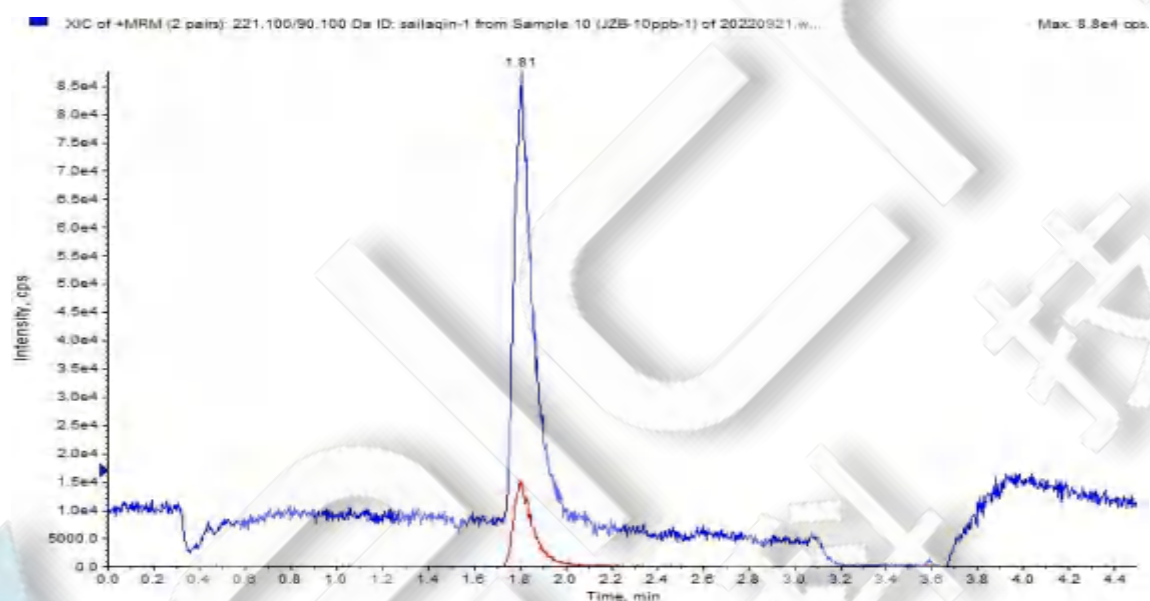


图 1. 赛拉嗪标准品 10µg/L 图谱

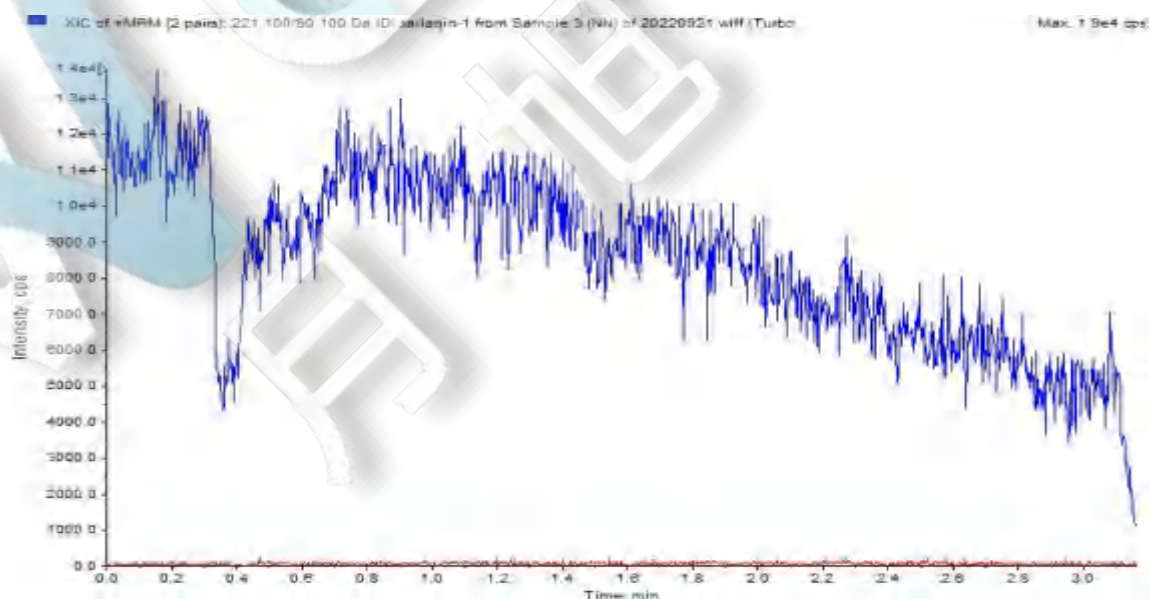


图 3.牛奶样品空白图谱



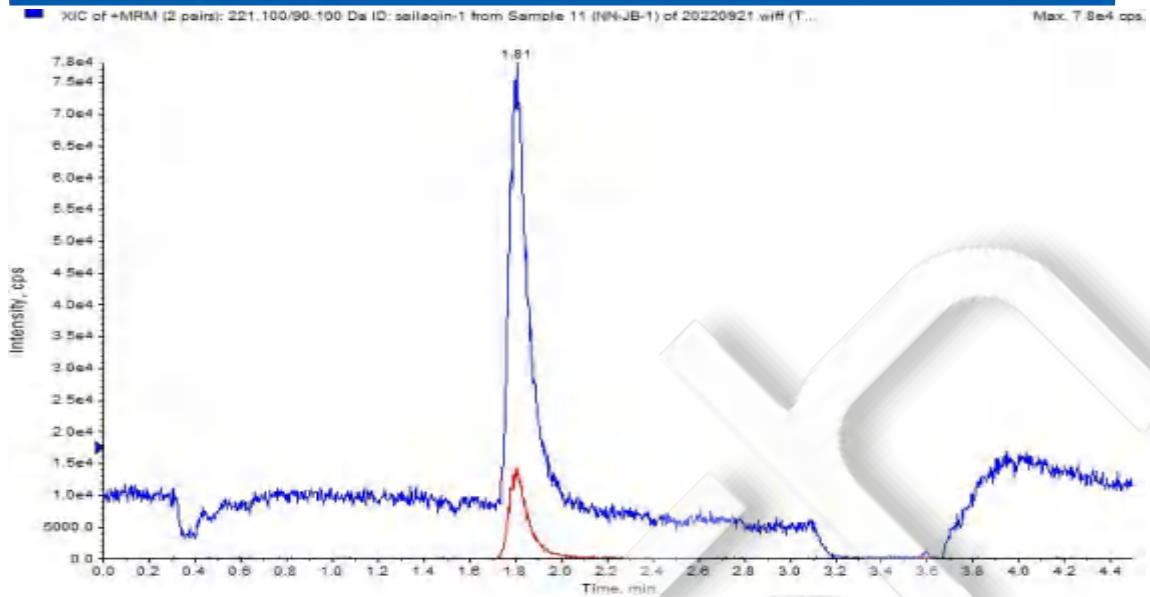


图 4. 牛奶样品加标 2.5 μ g/kg 图谱

表 3. 加标回收率表（加标水平为 2.5 μ g/kg）

物质	平均回收率	RSD 值
赛拉嗪	89.76%	2.33%

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
00201-11010	UHPLC 色谱柱	Ultimate XB-C18, 1.8 μ m, 2.1 \times 50mm



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