



中华人民共和国国家标准

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

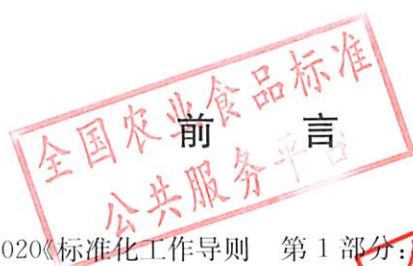
National food safety standard—
Determination of xylazine residue in milk by liquid chromatography-
tandem mass spectrometric method

2021-09-16 发布

2022-02-01 实施



中华人民共和国农业农村部
中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布
国家市场监督管理总局



本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件系首次发布。

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

1 范围

本文件规定了牛奶中赛拉嗪残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。
本文件适用于牛奶中赛拉嗪残留量的定性、定量检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

牛奶中残留的赛拉嗪,经乙腈提取并沉淀蛋白,固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,基质匹配标准溶液外标法定量。

5 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

5.1.2 乙腈(CH_3CN):色谱纯。

5.1.3 浓氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

5.1.4 甲酸(HCOOH)。

5.2 溶液的配制

5.2.1 2%甲酸甲醇溶液:取甲酸 2 mL,加甲醇稀释至 100 mL,混匀,即得。

5.2.2 0.5%氨水溶液:取浓氨水 0.5 mL,加水稀释至 100 mL,混匀,即得。

5.2.3 20%乙腈溶液:取乙腈 200 mL,加水稀释至 1 000 mL,混匀,即得。

5.2.4 流动相 A:0.1%甲酸乙腈溶液:取甲酸 0.1 mL,加乙腈稀释至 100 mL,混匀,即得。

5.2.5 流动相 B:0.1%甲酸溶液:取甲酸 0.1 mL,加水稀释至 100 mL,混匀,即得。

5.3 标准品

赛拉嗪(Xylazine, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{S}$, CAS 号:7361-61-7),含量 $\geq 98.0\%$ 。

5.4 标准溶液的制备

5.4.1 标准储备液(1 mg/mL):取赛拉嗪标准品约 10 mg,精密称定,用乙腈溶解并定容至 10 mL 容量瓶中摇匀,即得。 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 以下保存,有效期 3 个月。

5.4.2 标准中间液(10 $\mu\text{g/mL}$):精密量取上述标准储备液 100 μL ,于 10 mL 容量瓶中,加乙腈稀释至刻度,摇匀,即得。 $2\text{ }^\circ\text{C}\sim 8\text{ }^\circ\text{C}$ 保存,有效期 1 个月。