

ICS 67.120.10

CCS B40

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T ××××—××××

禽肉中牛磺酸的测定
液相色谱-串联质谱法

Determination of taurine in poultry meat by liquid chromatography-tandem
mass spectrometric method

(公开征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

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工作规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国畜牧业标准化技术委员会（SAC/TC 274）归口。

本文件起草单位：xxx。

本文件主要起草人：xxx。

禽肉中牛磺酸的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件描述了禽肉中牛磺酸测定的液相色谱-串联质谱方法。

本文件适用于鸡肉、鸭肉、鹅肉、鸽肉、鹌鹑肉中牛磺酸含量的测定，其他禽肉参照执行。

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

试样中的牛磺酸经水提取，50%乙腈溶液沉淀蛋白，液相色谱-串联质谱法测定，外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.1 水：GB/T 6682，一级。

5.2 乙腈：色谱纯。

5.3 甲酸：色谱纯。

5.4 50%乙腈溶液：取 500 mL 乙腈（5.2），用水稀释至 1 L，混匀。

5.5 0.1%甲酸溶液：取 1 mL 甲酸（5.3），用水定容至 1 L，混匀。。

5.6 标准储备溶液（1 mg/mL）：称取 0.01 g（精确至 0.01 mg）牛磺酸标准品（CAS 号：107-35-7，纯度≥98%），用水溶解并定容至 10 mL 容量瓶中。4℃保存，有效期 3 个月。

5.7 标准中间溶液（10 μg/mL）：精密量取标准储备溶液（5.6）0.1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用水稀释并定容。4℃保存，有效期 1 个月。

5.8 标准工作溶液：准确移取标准中间液（5.7）适量，用水配制成 0.01 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL 系列标准工作溶液，现用现配。

5.9 微孔滤膜：孔径 0.22 μm，水系。

6 仪器设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源（ESI）。

6.2 天平：精度 0.01 g 和 0.000 01 g。

6.3 均质机。

NY/T ××××—××××

6.4 涡旋振荡器。

6.5 离心机：转速不低于 10 000 r/min。

7 样品

取适量新鲜、冷藏或解冻的供试肌肉样品，绞碎，均质。-18 ℃以下保存。

8 试验步骤

平行做 2 份试验。称取试样 1 g（精确到 0.01g），于 50 mL 离心管中，准确加入 20 mL 水，涡旋振荡 10 min，再准确加入 10 mL 50%乙腈溶液（5.4），涡旋振荡 10 min，10 000 r/min 离心 5 min。准确移取 0.1 mL 上清液于 10 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，过 0.22 μm 滤膜（5.9），滤液待测。

9 测定

9.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- 色谱柱：AQ-C₁₈ 柱（2.1 mm × 150 mm，1.8 μm），或性能相当者；
- 流动相：A 相为 0.1%甲酸溶液（5.5），B 相为乙腈（5.2），梯度洗脱条件见表 1；
- 流速：0.2 mL/min；
- 进样量：10 μL；
- 柱温：30 ℃。

表 1 梯度洗脱条件

时间, min	A, %	B, %
0	95	5
2.0	95	5
3.0	20	80
3.5	20	80
3.6	95	5
5.0	95	5

9.2 质谱参考条件

质谱参考条件如下：

- 离子源：电喷雾电离，正离子模式（ESI⁺）；
- 检测方式：多反应监测（MRM）；
- 毛细管电压：3500 V；
- 离子源温度：350 ℃；
- 蒸发温度：280 ℃；
- 鞘气压力：35 psi；
- 辅助气压力：10 psi；
- 监测离子对、锥孔电压和碰撞能量见表 2。

表 2 牛磺酸监测离子对、锥孔电压和碰撞能量

化合物	定性离子对 m/z	定量离子对 m/z	锥孔电压 V	碰撞能量 eV
牛磺酸	126.0 / 44.5	126.0 / 108.1	100	20
	126.0 / 108.1			11

9.3 测定法

9.3.1 定性测定

在相同试验条件下，试样溶液中牛磺酸的保留时间与标准溶液中牛磺酸的保留时间相比，偏差应在±2.5%以内，试样溶液中牛磺酸的相对离子丰度应与浓度相当的标准溶液中牛磺酸的相对离子丰度一致，允许偏差应符合表 3 的要求。

表 3 定性确证时相对离子丰度的允许偏差

单位为百分号

相对离子丰度	>50	>20 ~ 50	>10 ~ 20	≤10
允许偏差	±20	±25	±30	±50

9.3.2 定量测定

取试样溶液和标准溶液，做多点校准，按外标法以定量离子色谱峰面积定量，且标准曲线的相关系数应不低于 0.99。标准溶液及试样溶液中的牛磺酸响应值均应在仪器检测的线性范围内，超过线性范围的应根据测定浓度用水稀释后重新测定。牛磺酸标准溶液的特征离子质量色谱图见附录 A。

10 试验数据处理

试样中牛磺酸含量以质量分数 w 计，按公式 (1) 计算。

$$w = \frac{\rho \times V \times V_1}{V_2 \times m \times 10} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w —— 试样中牛磺酸含量的数值，单位为毫克每百克 (mg/100g)；

ρ —— 由标准工作曲线得到试样溶液中牛磺酸浓度的数值，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

V —— 上机前定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_1 —— 提取液总体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_2 —— 上清液移取体积的数值，单位为毫升 (mL)；

m —— 试样质量的数值，单位为克 (g)；

10 —— 换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留 3 位有效数字。

11 精密度

NY/T ××××—××××

在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%。

12 检出限和定量限

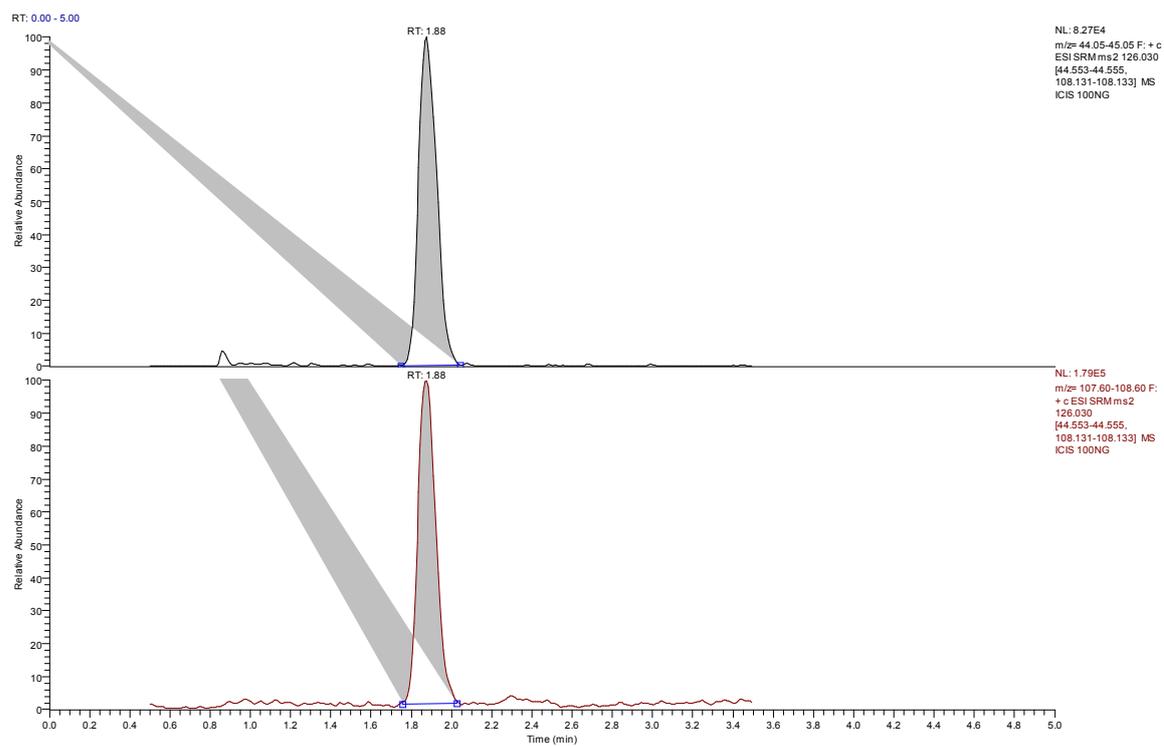
本方法检出限为 1.0 mg/100g，定量限为 3.0 mg/100g。

附录 A

(资料性)

牛磺酸标准溶液特征离子质量色谱图

牛磺酸标准溶液特征离子质量色谱图见图 A.1。

图 A.1 牛磺酸标准溶液(0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$)特征离子质量色谱图