

农业行业标准

《禽肉中牛磺酸的测定 液相色谱- 串联质谱法》 (公开征求意见稿)

编制 说明

XXX

2025 年 7 月

制定《禽肉中牛磺酸的测定 液相色谱-串联质谱法》

（公开征求意见稿）编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据《农业农村部农产品质量安全监管司关于下达 2024 年农业国家和行业标准制修订项目计划的通知》（农质标函〔2024〕71 号），由 xxx 所承担制定《禽肉中牛磺酸的测定 液相色谱串联质谱法》标准工作，项目编号是 NYB-24321，该标准由全国畜牧业标准化技术委员会归口。

（二）制定背景

牛磺酸（Taurine）是一种磺化 β 氨基酸，化学名为 2-氨基乙磺酸，来自甲硫氨酸和半氨酸的代谢，是游离的、丰富的、条件性的含硫非蛋白氨基酸，广泛存在于动物组织中，特别是心、肾、脑、肝、血液等部位，具有多种生理和生物学功效。例如促进大脑发育、解除疲劳、抗氧化、增强视力及免疫力等功能，在人体运动中也发挥着极其重要的作用。随着人民生活水平和知识水平地提升，对牛磺酸地认识也不断加深，牛磺酸作为辅助药物、营养补充剂和各种添加剂得到了广泛应用。一般来说，由于新生儿和老年人群体内合成及储存牛磺酸的能力较弱，需要额外从饮食中获取牛磺酸，以此满足身体的需求。人们常吃的各种肉类是牛磺酸的主要来源，例如鸡肉约 3.5~100 mg/100g、鸽肉约 180 mg/100g~230 mg/100g、牛肉约 38~60 mg/100g、猪肉约 18~22 mg/100g、鳕鱼约 50~100 mg/100g、虾约 140~300 mg/100g 等。其中，禽肉不仅物美价廉、营养丰富，含有人体生长发育所需的各种营养物质，而且牛磺酸含量也较高。基于牛磺酸在人体中的重要作用，其在禽肉中的含量高低决定了禽肉的营养价值，因此准确检测各类禽肉中牛磺酸的含量具有指导消费的实际意义。

牛磺酸是一种极性化合物，易溶于水，具有酸碱两性电解质作用，热稳定性较好，在高温下不易被破坏，它在被检物质中不以结合态形式出现。一般来说，水作为提取试剂，完全可以提取样品中的牛磺酸，再直接将需要检测的样品稀释

即可。如果样品是固体结构的生物组织，水可以溶解部分大分子或者其它极性物质，最后样品溶液可能是半乳状，不能直接上机测定，需要在提取液中加入蛋白沉淀剂。日常提取牛磺酸的蛋白沉淀剂有盐酸、甲醇、乙腈、醋酸锌等溶液。

目前，我国有关牛磺酸的检测方法标准如表 1，其中 GB 5009.169-2016《食品安全国家标准 食品中牛磺酸的测定》的适用范围是婴幼儿配方食品、乳粉、豆粉、豆浆、含乳饮料、特殊用途饮料、风味饮料、固体饮料和果冻。由此可见我国目前尚没有禽肉中牛磺酸测定的国家、行业、地方标准。由检测方法标准和相关文献可知，牛磺酸的检测方法有高效液相色谱法、氨基酸自动分析法、毛细管电泳法、液相色谱-串联质谱法等，而这些方法各有优缺点。例如，高效液相色谱法，灵敏度和准确度高，但因牛磺酸无紫外吸收也无荧光发射，所以需要对样品进行衍生，但衍生产物易不稳定、衍生操作复杂等问题都会对牛磺酸含量的准确定量产生影响。氨基酸自动分析法，用途单一、方法灵活性差。毛细管电泳法，其稳定性和重现性差，复杂样品的基质效应影响严重。液相色谱-串联质谱法，灵敏度和准确度高、应用广泛，但仪器较贵。

表 1 我国现行的牛磺酸测定标准方法

No.	标准编号	标准名称	状态
1	GB 5009.169-2016	食品安全国家标准 食品中牛磺酸的测定	现行
2	GB 14759-2010	食品安全国家标准 食品添加剂 牛磺酸的测定	现行
3	农业部 2483 号公告-5-2016	饲料中牛磺酸的测定 高效液相色谱法	现行
4	T/SDAQI 004-2021	化妆品中牛磺酸的测定 高效液相色谱法	现行
5	T/CFIAS 6010-2024	宠物饲料中牛磺酸的测定	现行
6	QB/T 8137-2025	水产品中牛磺酸的测定	即将实施

当前，我国的家禽业发展已取得了长足进步，但随着生活方式、营养饮食、个性化营养健康食品消费等方面的变化，对营养健康禽肉提出了新的需求，而禽肉中牛磺酸测定相关检测标准的缺乏使其值不能量化，也造成了不同品种间、不同产地间、不同产品间牛磺酸含量差异的评价依据，给家禽营养品质评价带来困难。因此，有必要建立禽肉中牛磺酸测定方法标准。液相色谱-串联质谱法是一

种集高效分离和多组分定性、定量于一体的方法，对强极性、难挥发和热不稳定化合物的分离和鉴定具有独特优势，成为近年来药物分析中一种重要的检测技术。随着灵敏度高、重现性好、基质干扰小等分析技术的快速发展，建立一种简单、快速、便捷测定牛磺酸含量的液相色谱-串联质谱方法已成为主流趋势。

（三）起草过程

1. 起草阶段

本标准的主要起草单位有 xxx。

2024 年 1-5 月，任务下达后，xxx 组织有关专家和相关人员成立标准起草小组，召开起草标准首次会议，启动制标程序，布置起草标准各项工作，主要起草人员分工见表 1。同时深入浙江、江苏、安徽、江西等科研、教学和质检机构进行牛磺酸测定方法调研，并向扬州大学测试中心、江苏省农业科学院等从事家禽和食品研究的教授专家进行咨询。在此期间，标准起草小组多次开展内部讨论，对标准的框架结构、适用范围、标准内容等进行研究，形成标准草案。

表 1 主要起草人员信息及任务分工

姓名	单位	职称	专业特长及分工
xxx	xxx	副所长/研究员	项目主持人，全面负责
xxx	xxx	副研究员	组织项目实施与标准撰写
xxx	xxx	副主任/研究员	组织项目实施
xxx	xxx	研究员	标准文献收集和方法验证
xxx	xxx	副研究员	仪器条件优化与标准撰写
xxx	xxx	副研究员	样品前处理与方法优化
xxx	xxx	研究员	标准文献收集和分析
xxx	xxx	助理研究员	样品前处理与方法优化
xxx	xxx	副研究员	样品检测
xxx	xxx	研究员	方法学验证
xxx	xxx	研究员	方法学验证
xxx	xxx	研究员	方法学验证
xxx	xxx	主任/研究员	标准文献收集和分析

XXX	XXX	副研究员	采样和调研
XXX	XXX	助理研究员	标准文献收集
XXX	XXX	研究实习员	样品检测

2024 年 6-11 月，开展试验，包括进行各项前处理试验条件和仪器条件的优化，精密度、准确度、线性范围等方法学验证试验，以及试验数据采集工作。

2024 年 12 月，整理试验数据，标准起草小组完成了标准草案的第二稿，通过召开小组会议，对标准草案进行了修改和完善，形成了标准文本和编制说明的征求意见稿。

2. 定向征求意见

2025 年 1-4 月，以信函或邮件形式发往中国农业大学、扬州大学、江苏农牧科技职业学院等 4 所高校，江西省农业科学院农产品质量安全与标准研究所、中国农业科学院北京畜牧兽医研究所、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所等 10 家科研院所，江苏北农大农牧科技有限公司、江苏立华等 8 家生产企业，江苏省畜产品质量检验检测中心、深圳市农产品质量安全检验检测中心等 4 家第三方测定机构进行广泛征求意见。共发出定向征求意见稿单位数 26 个，收到回函单位数 23 个，回函并有建议或意见的单位数 19 个(主要意见人员见表 2)。

表 2 征求意见人员名单

类别	序号	单位	姓 名	职称（务）
高校	1	中国农业大学	郑江霞	教授
	2	中国农业大学	连玲	副教授
	3	扬州大学	张跟喜	教授
	4	江苏农牧科技职业学院	王军	讲师/博士
科研院所	5	江西省农业科学院农产品质量安全与标准研究所	张大文	研究员
	6	中国农业科学院北京畜牧兽医研究所	孟庆石	副研究员
	7	中国农业科学院北京畜牧兽医研究所	冯潇慧	助理研究员
	8	中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所	贾琪	副研究员
	9	上海市农业科学院	姚俊峰	研究员

	10	山东省烟台市农业科学研究院	李瑞丽	研究员
	11	中国农业科学院兰州畜牧与兽药研究所	席斌	副研究员
	12	黑龙江省农业科学院畜牧研究所	赵秀华	副研究员
	13	江苏省农业科学院	卢海燕	副研究员
	14	南京市畜牧家禽科学研究所	嵇宏杰	畜牧师
生产企业	15	江苏北农大农牧科技有限公司	李硕	经理
	16	江苏立华	李建超	经理
	17	湖北神丹健康食品有限公司	屈元启	畜牧师
	18	广西贵港市港丰农牧有限公司	黎剑能	总经理
第三方测定机构	19	深圳市农产品质量安全检验检测中心	谭磊	正高级兽医师
	20	江苏省畜产品质量检验检测中心	贾静书	高级畜牧师
	21	农业农村部肉及肉制品质量检测中心（南京）	沈娟	高级实验师

2025 年 5-6 月，标准起草小组对收到的专家意见进行整理，合并相同意见，汇总了 80 条意见。召开标准编制小组会议，对专家意见逐一处理，其中采纳 55 条，不采纳 21 条，部分采纳 4 条。

并在此基础上，将建立的测定方法分别送给农业农村部农产品质量安全检验检测中心、深圳市农产品质量安全检验检测中心和苏州帕诺米克生物医药科技有限公司进行方法学验证。

3. 预审阶段

2025 年 6 月 19 日，全国畜牧业标准化技术委员会组织专家对 xxx 制定的行业标准《禽肉中牛磺酸的测定 液相色谱-串联质谱法》（预审稿）进行了认真审查。专家组由李俊玲、张大文、谢恺舟、魏瑞成、韩奕奕、吴红军和王飞宇组成。在听取制定专家汇报的基础上，专家组审查了标准文本及编制说明，提出如下修改意见：

①建议将标准曲线范围做相应调整；

②编制说明中补充完善禽肉中牛磺酸含量等背景信息、同类型色谱柱适用性考察内容、实际样品的测定数据及标准溶液冷藏条件考察内容；

③按 GB/T 1.1-2020 的要求进一步规范标准文本。

专家组一致同意审查通过，建议标准起草单位按照上述意见进一步修改后形成公开征求意见稿，报全国畜牧业标准化技术委员会秘书处。

二、标准编制原则和主要内容及其确定依据

（一）标准编制原则

本着严格遵循科学依据，与国际水平接轨，并且准确、实用的原则，完成了检测方法标准的研究工作，起草了标准的征求意见稿和编制说明。主要制订原则如下：

政策性：在编制过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法规和规章，严格执行强制性国家标准和行业标准，避免与正在制定或已经制定的其他农业或国家标准发生技术冲突。

普遍性：编制过程中以提高测试方法的选择性、准确度、精密度、检测限和分析效率为目标，反映科学技术的先进成果和先进经验，使各项技术指标满足要求，确保标准既能保持技术上的先进性，又具有经济上合理性。

实用性：编制过程中确保制定的标准方法切实可行，与食品标准中的国家监管需求相适应，易于为监管部门和检验检测机构工作者接受。

规范性：标准的编写规则及表述等要求主要依据为 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》和 GB/T 5009.1-2003《食品卫生检验方法 理化部分 总则》，编写过程参考了 GB 5009.169-2016《食品安全国家标准 食品中牛磺酸的测定》。征求意见稿和编制说明力求做到技术内容的叙述正确无误，文字表达准确、简明易懂，标准的构成严谨合理，内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。

国际性：在草案的编制过程中，参考了国内外同类研究的相关资料；尽可能与国际情况一致，也要求与国内实际相符。

（二）标准编制依据

标准编制严格按照 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》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则第 4 部分：试验方法标准》的要求规则起草。参考了《中华人民共和国药典》2020 年版第二部、《食品成分分析手册》和 GB 5009.169- 2016《食品安全国家标准 食品中牛磺酸的测定》等相关国家及行业标准，进行大量试验和反复比较，并最终确定样品前处理方法、液相条件、质谱条件、方法学验证等。试验过程中产生的所有数据参照 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》的相关要求进行统计处理。

（三）标准主要技术内容

1. 仪器条件的确定

1.1 液相条件的确定

1.1.1 色谱柱的考察与选择

液相色谱-串联质谱具有分离速度快、灵敏度高等特点。本试验通过 1 $\mu\text{g/mL}$ 牛磺酸（Taurine, Tau）标准溶液上机测定，比较了 Waters Atlantis Premier BEH Z-HILIC（2.1 $\times$ 150mm, 2.5 μm ）、Waters ACQUITY UPLC HSS T3（2.1 $\times$ 100mm, 1.8 μm ）、Waters ACQUITY UPLC BEH C18（2.1 $\times$ 50mm, 1.7 μm ）、月旭 UHPLC AQ-C18（2.1 $\times$ 150mm, 1.8 μm ）色谱柱对牛磺酸的分离效果。由图 1(a)可以发现，BEH Z-HILIC 的色谱峰保留时间虽为 3.5 min，但出峰前段始终有杂峰干扰且基线很不稳定；HSS T3 的色谱峰较宽且分离度不够好；AQ-C18 和 BEH C18 较亲水型 HSS T3 和 BEH Z-HILIC 的色谱峰型更好，且无拖尾现象，但 BEH C18 的保留时间为 0.65 min，出峰过早；AQ-C18 的保留时间为 1.8 min，峰型对称、尖锐，且响应强度高于 BEH C18。因此，综上考虑本试验选择月旭公司 UHPLC AQ-C18（2.1 $\times$ 150mm, 1.8 μm ）作为方法开发的分析色谱柱。

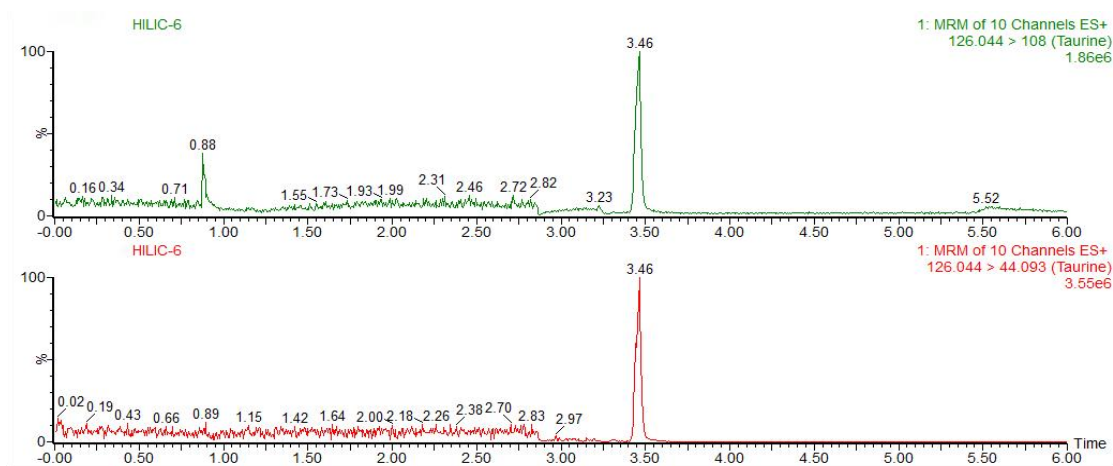


图 1(a)-1 HILIC 色谱柱的选择

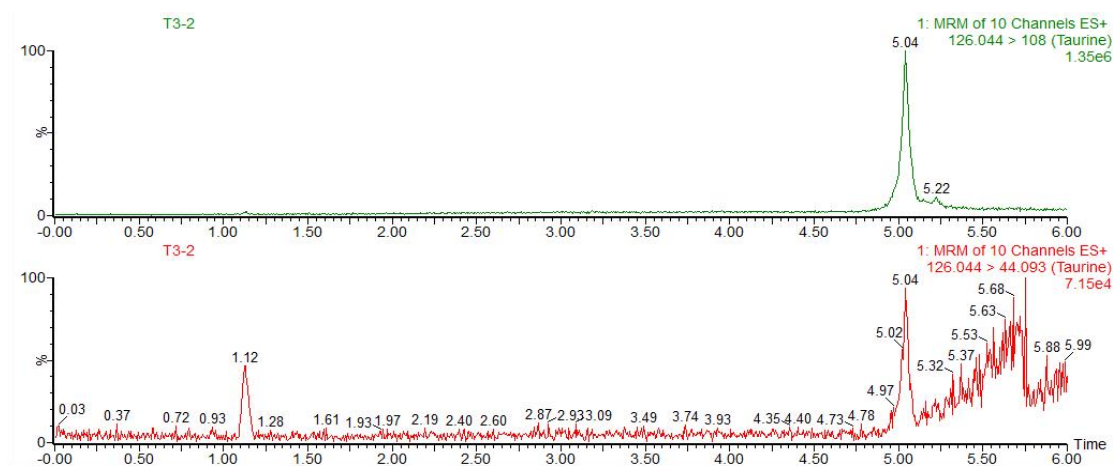


图 1(a)-2 T3 色谱柱的选择

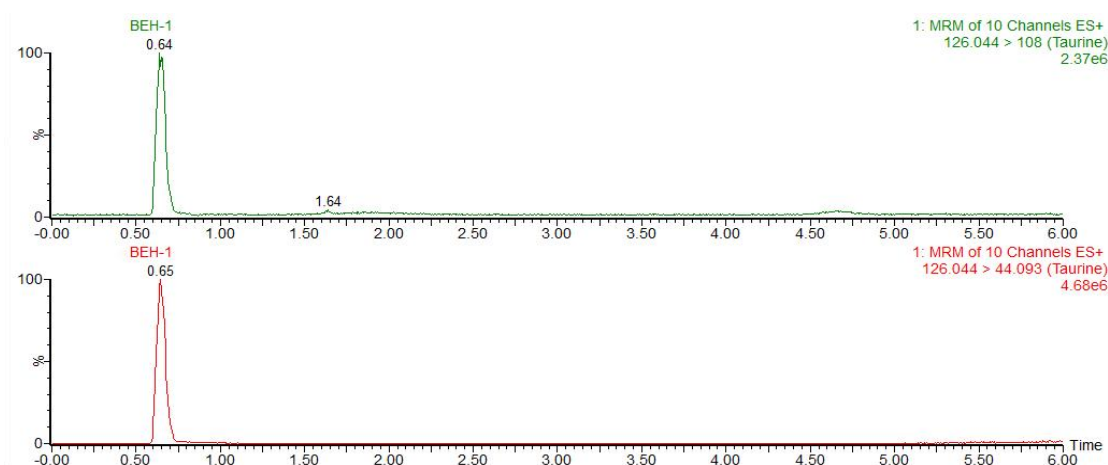


图 1(a)-3 BEH C18 色谱柱的选择

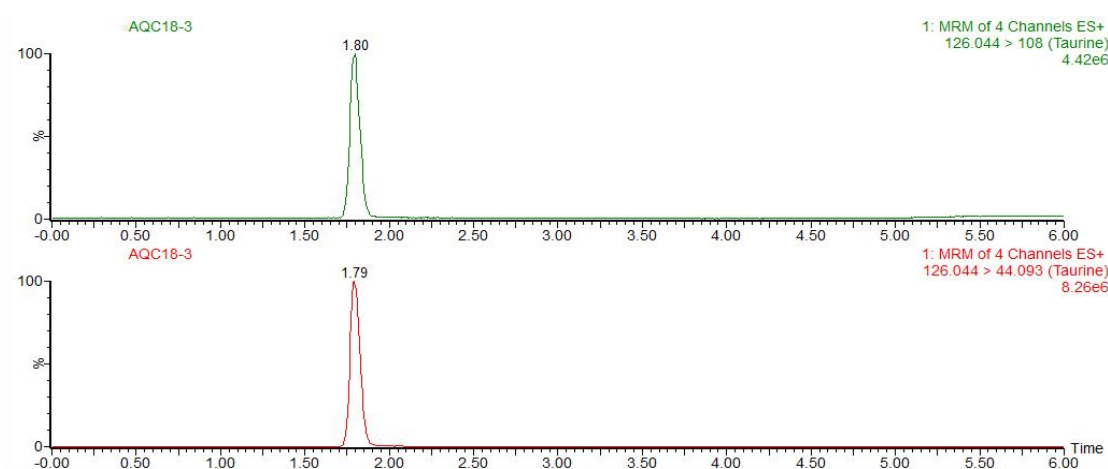


图 1(a)-4 AQ C18 色谱柱的选择

同时，本试验还考察了与月旭公司 UHPLC AQ-C18 (2.1×150mm, 1.8μm) 性能相当的色谱柱，如图 1(b)-1 为 Thermo scientific 公司 Hypersil GOLD aQ C18 (2.1×150mm, 1.8μm) 色谱柱、图 1(b)-2 为南京和曦生物科技有限公司 Morphling WD-C18 (2.1×150mm, 1.8μm) 色谱柱。由图可知，牛磺酸均能在 1.8 min 左右出峰，说明耐高水相的 AQ C18 色谱柱能作为牛磺酸的色谱分离柱。

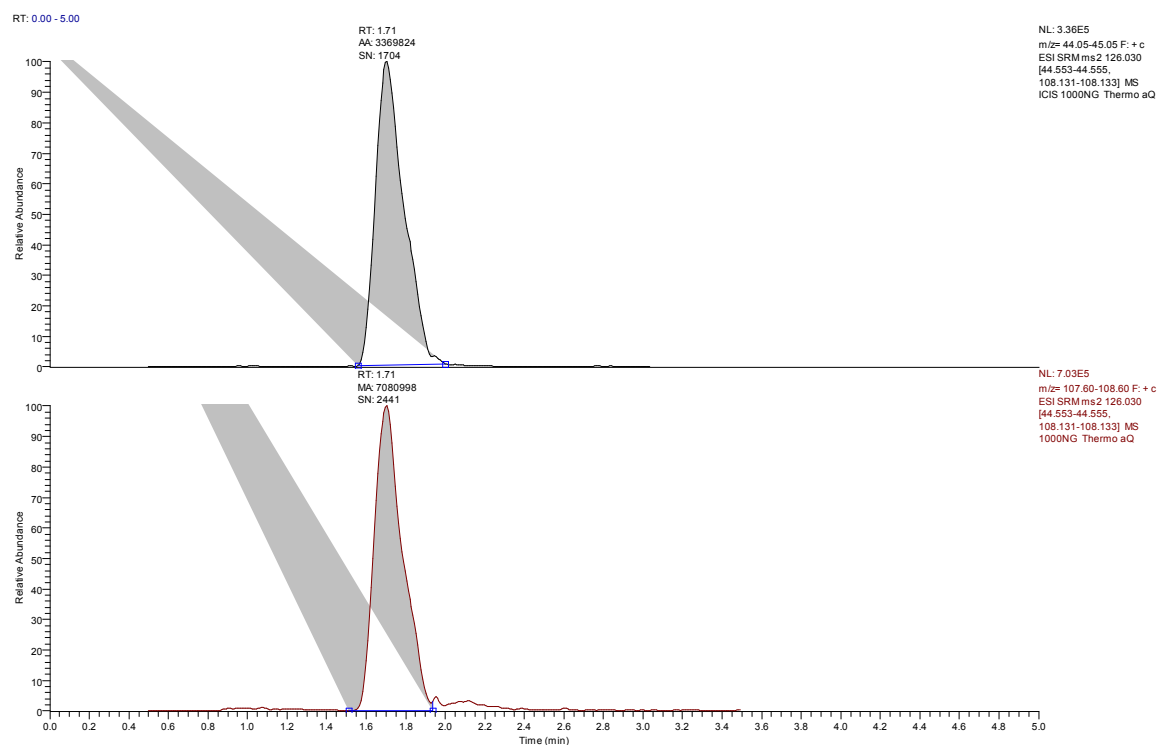


图 1(b)-1 赛默飞 Hypersil GOLD aQ C18 色谱柱

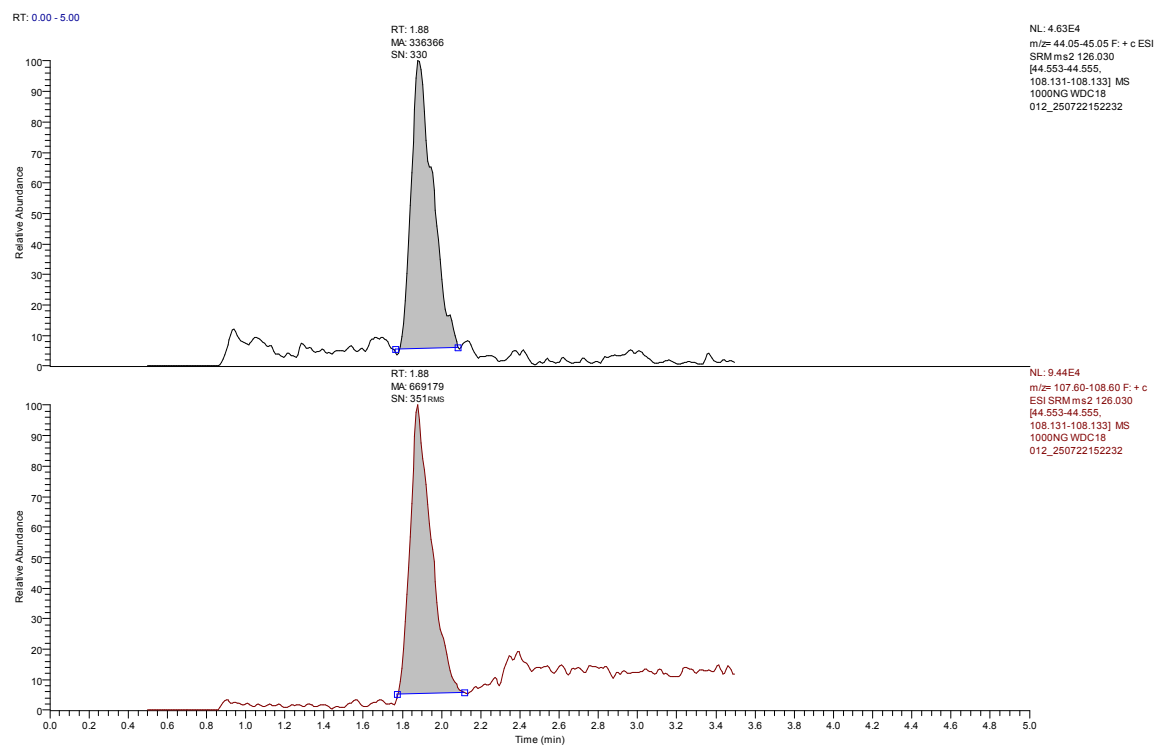


图 1(b)-2 Morphling WD-C18 色谱柱

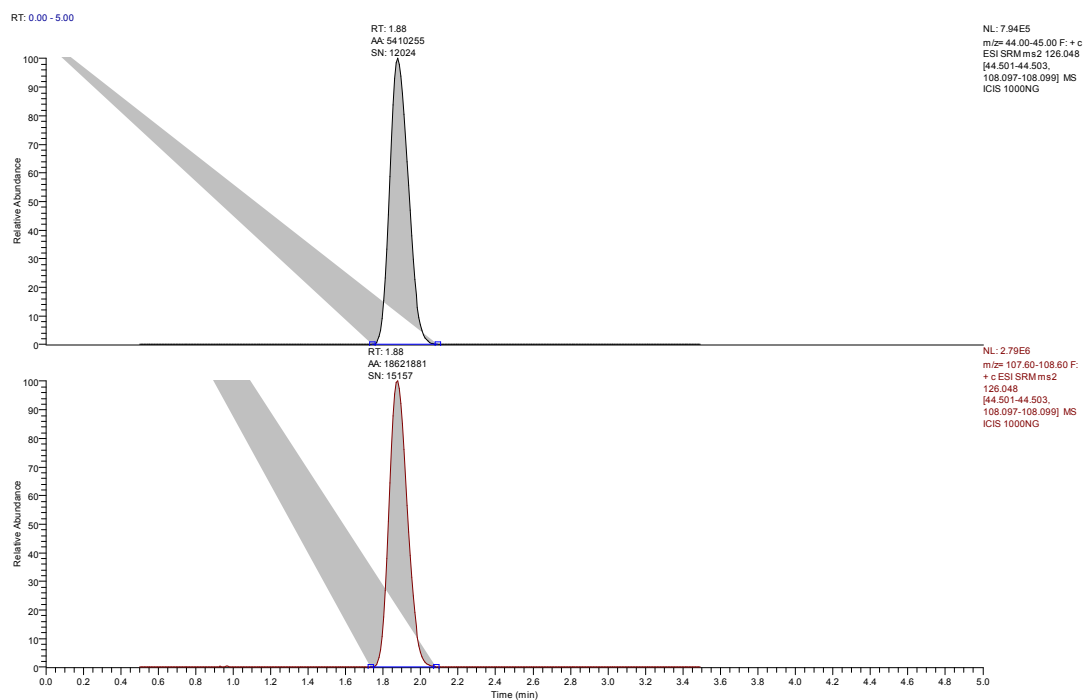


图 1(b)-3 月旭 UHPLC AQ-C18 色谱柱

1.1.2 流动相的选择

与相关标准和文献对比, 试验对流动相进行考察, 当使用甲醇作为流动相时, 在相同的条件下, 离子化将受到不同程度的抑制, 响应值将会明显的降低, 导致了灵敏度的下降, 而使用乙腈作为流动相时, 离子化效率明显是要优于甲醇, 所以本试验采用乙腈作为流动相中的有机相。试验中还发现, 在流动相中加入甲酸能够明显地提高定量离子对 126.0 > 108.1 的响应, 因此考虑在流动相中加入一定比例的甲酸。同时, 考虑到上样溶液的水相比比例, 起始流动相设为 5%乙腈水溶液 (含 0.1%甲酸)。

其次, 本试验首先尝试了 0.1%甲酸水: 乙腈 (95:5) 的等度洗脱, 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液色谱图见图 2 (a)。由图可知, 在 2.7min 左右有个杂峰, 为了让低浓度标准溶液不被杂峰和基线干扰, 以及避免禽肉样品基质干扰, 本试验又尝试了梯度洗脱程序, 洗脱程序见表 2。由图 2 (b) 可知, 梯度洗脱后原本的杂峰消失, 且信号响应强度均有所提高。综合试验数据考虑, 本试验采用表 3 中的梯度洗脱程序。

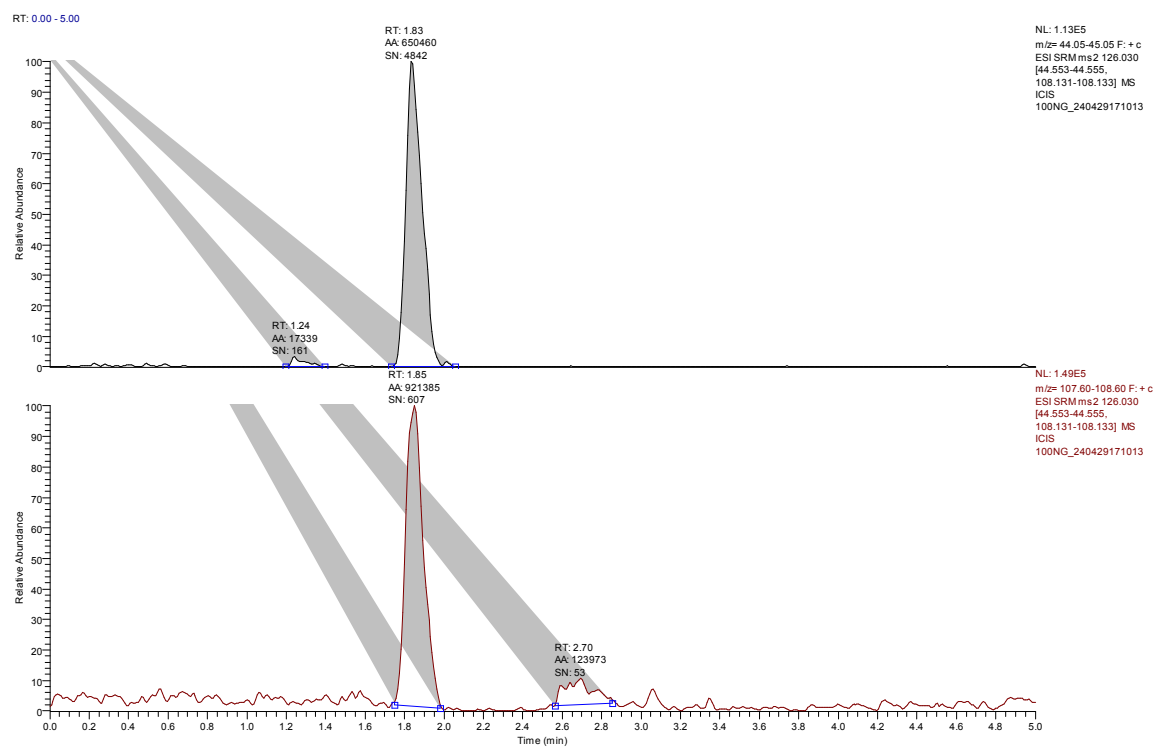


图 2 (a) 等度洗脱色谱图

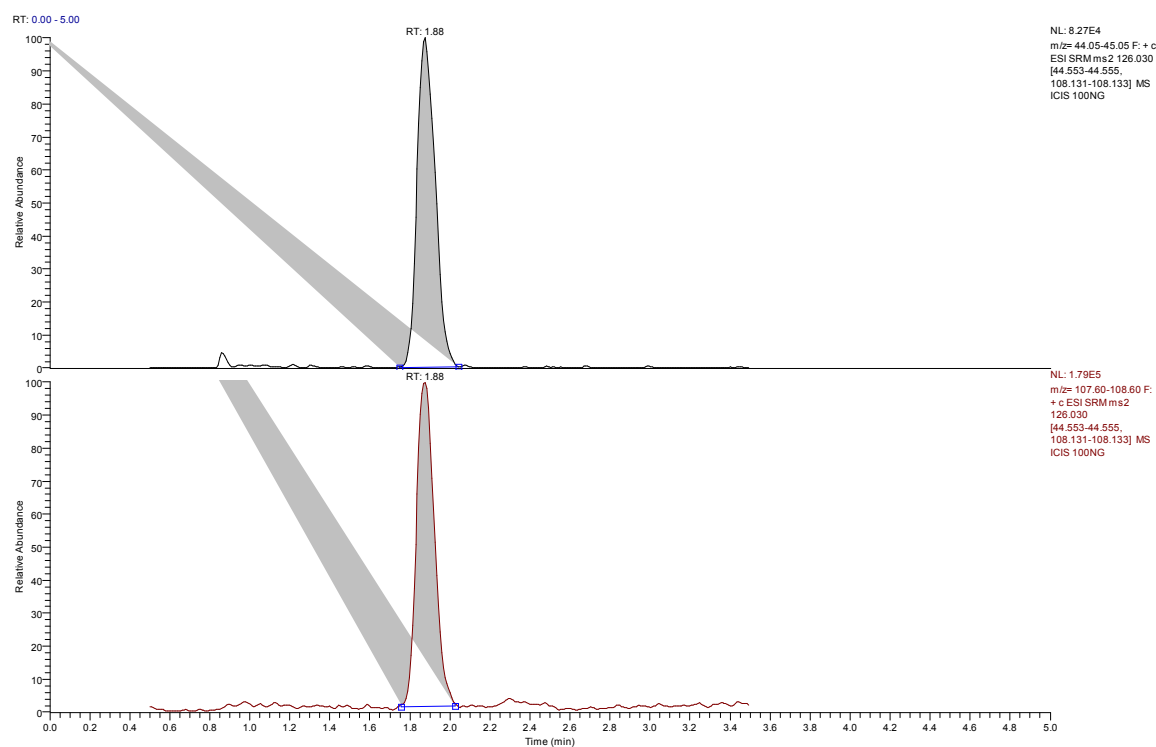


图 2 (b) 梯度洗脱色谱图

表 3 梯度洗脱条件

时间, min	A, %	B, %
0.0	95	5
2.0	95	5
3.0	20	80
3.5	20	80
3.6	95	5
5.0	95	5

1.1.3 液相条件的确定

参考优化后的流动相, 确定液相条件: 色谱柱: UHPLC AQ-C18 色谱柱, 柱长 150 mm, 内径 2.1 mm, 粒径 1.8 μm 或性能相当者; 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$; 流动相: A 相为 0.1% 甲酸溶液, B 相为乙腈; 流速: 0.2 mL/min; 进样量: 10 μL 。1 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液典型色谱图见图 1(b)-3。

1.2 质谱条件的确定

将 1 $\mu\text{g/mL}$ 的牛磺酸标准溶液在质谱 ESI^+ 和 ESI^- 模式下进行全扫描, ESI^+ 模式下的响应值明显高于 ESI^- 模式。因此, 在 ESI^+ 扫描模式下选出信号相对较强的两个碎片离子与其母离子分别组成两对监测离子对, 其中以信噪比高、峰型好、干扰小的离子对作为定量离子对, 另一个离子对作为定性离子对。在 SRM 模式下, 实施对于锥孔电压与碰撞能量等参数的进一步优化。优化过后得到的特征离子对和质谱条件如表 4, 其定性分析标准为保留时间和选择离子的丰度比, 使得这个方法拥有更强的专属性, 并且有效地避免了来自杂质的干扰。

质谱条件如下:

离子源: 电喷雾电离; 扫描方式: 正离子模式; 检测方式: 选择反应监测; 毛细管电压: 3500 K; 离子源温度: 350 $^{\circ}\text{C}$; 蒸发温度: 280 $^{\circ}\text{C}$; 鞘气压力: 35 psi; 辅助气压力: 10 psi。牛磺酸的特征离子对及碰撞能量见表 4。

表 4 牛磺酸特征离子参考质谱条件

化合物	保留时间 min	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	1.88	126.0 > 44.5	126.0 > 108.1	100	20
		126.0 > 108.1			11

2. 标准溶液和样品溶液稳定性的确定

根据其结构式及相关文献可知，牛磺酸理化性质较稳定，且本试验牛磺酸标准储备液及其稀释溶液均为水溶液，为了避免-20℃储存带来的反复冻融等问题，本试验配制的标准溶液均置于4℃条件下贮藏。

标准为了确保1 mg/mL牛磺酸标准储备液和10 µg/mL牛磺酸标准中间液（2025年3月9日配制，4℃冰箱中保存）能在有效期限内使用，于配制当天和间隔1个月、2个月、3个月、4个月取出上述标准储备液和标准中间液，将其稀释并配制为0.1 µg/mL的标准溶液（平行测定6次）。同时，在每个测定时间节点用新配制的标准工作曲线溶液去定量上述0.1 µg/mL标准溶液。由图3可知，1 mg/mL牛磺酸标准储备液在贮藏3个月内的浓度值稳定（RSD = 1.45 %），但当贮藏至第4个月时，其浓度下降率为6.62 %，因此将其有效期设定为3个月。10 µg/mL牛磺酸标准中间液在贮藏1个月内的浓度值稳定（RSD = 2.62 %），但当贮藏至第2个月时，其浓度下降率为7.11 %，因此将其有效期设定为1个月。

同时本试验还考察了上机待测液在室温下24h、48h和72h的稳定性。标准溶液样品在24h内面积的波动范围小于2%，在48h内其面积波动小于5%，72h后其面积波动小于10%。同时，牛磺酸一针进样时间在5min内，所以48h内基本能完成约250份样品的测定任务，且牛磺酸标准品100 mg的价格在百元以内，性价比很高。综上考虑，本试验确定样品处理后溶液在48h内进行分析测定，且标准曲线工作溶液现用现配。

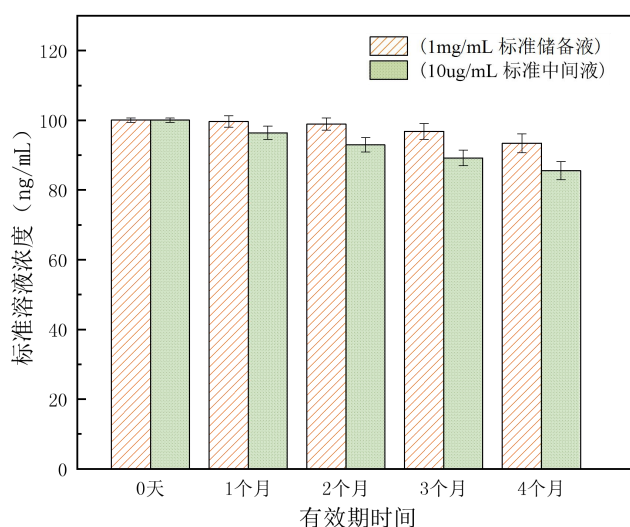


图3 标准溶液有效期

3. 样品前处理方法的确定

3.1 样品来源与制备

鸡肉、鸭肉、鹅肉、鸽肉、鹌鹑肉均为当地农户养殖或专业养殖企业，其所食饲料未添加牛磺酸营养成分。取新鲜屠宰后的禽肉胴体，取其 2 侧胸肌和腿肌，分别绞碎，并用均质机使其均质，-18℃保存备用。以下试验均以鹅胸肌肉样品中牛磺酸含量为考察指标，分别考察了提取试剂、提取时间、提取方式等因素对提取率的影响，确立最优提取条件。

3.2 提取试剂的选择

由于牛磺酸是水溶性物质，一般采用水溶液提取。同时禽肉样品中还包含蛋白质、脂肪等物质，都会对样品的提取效率产生影响。参考 GB 5009.169-2016 和相关文献，可以采用酸水解后将样品基质中的蛋白质和脂肪等转变为水溶性物质，提高提取效率，但要注意过高的酸会影响检测结果。同时，乙酸锌、亚铁氰化钾和乙腈等有机试剂也有去除蛋白的作用。

我们首先考察了用超纯水、酸性溶液或高水相有机溶液直接提取鹅肉样品，考察不同的提取试剂对提取效果的影响。由试验结果可知，用超纯水直接提取的鹅肉中牛磺酸的含量最高。同时还发现，含有机溶剂或酸性水溶液的提取试剂在涡旋振荡提取过程中会有结块现象，这会影响提取效率；且这两类提取试剂在离心后上清液仍会有微量浑浊现象，这也会导致后期过水相滤膜的净化效率。

于是，我们考虑取部分上述离心后的上清液加 30%乙酸锌、15%亚铁氰化钾或乙腈溶液，已达到去除蛋白的作用。由试验结果可知，加入 30%的乙酸锌或 15%亚铁氰化钾后未检测出牛磺酸；加入纯乙腈溶剂沉淀蛋白后牛磺酸的含量反而没有上述超纯水提取后直接上机测定的结果高。

综上所述，本试验采用超纯水先提取 10 min 后，再加入适量试剂用于蛋白沉淀。本试验考察了 50%乙腈水溶液、1%偏磷酸、0.5mol/L HCl 溶液、1%高氯酸溶液对提取效果的影响。由图 4（a）可知，在 50%乙腈水溶液作用下鹅肉中牛磺酸提取含量最大。同时，本试验还考察了乙腈水溶液的浓度对提取效果的影响。随着乙腈水溶液中乙腈比例的增大，试样提取离心后的上清液会比超纯水提取后的上清液更清澈，但由图 4（b）结果可知 50%乙腈水溶液作用下鹅肉中牛

磺酸提取含量最大。因此我们选择先用超纯水提取，再用 50%乙腈水溶液沉淀蛋白的提取方式。

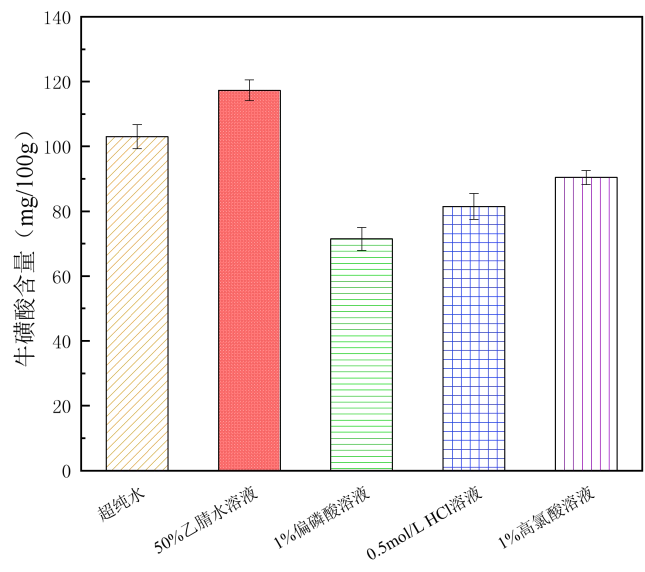


图 4（a）提取试剂对提取效果的影响

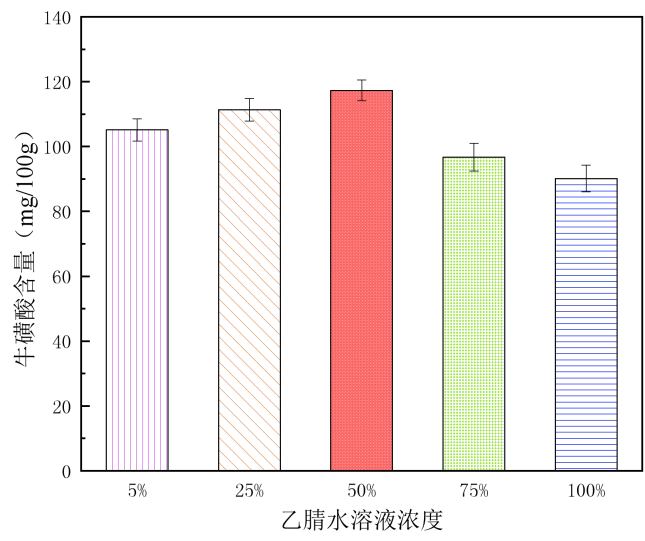


图 4（b）乙腈水溶液浓度对提取效果的影响

3.3 提取体积的选择

选用鹅肉作为试验样品，分别考察了不同体积的超纯水用量，对提取效果的影响。由图 5（a）可以看出，当提取体积小于 20 mL 前牛磺酸含量呈直线上升趋势，此后，即使提取体积持续增加，牛磺酸含量趋于平稳。因此，选择超纯水提取体积为 20 mL。

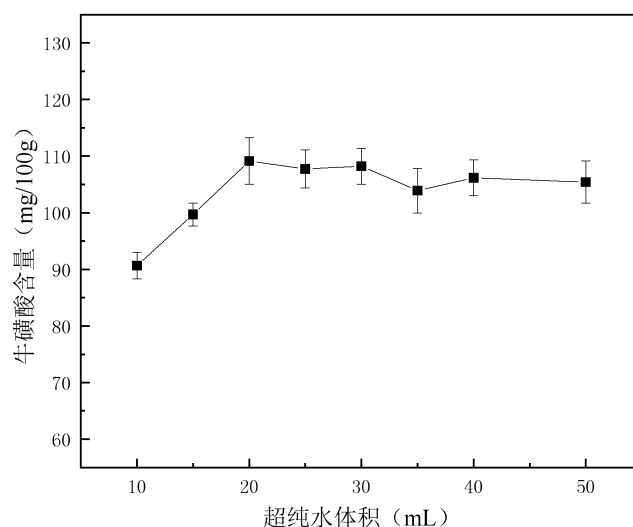


图 5 (a) 超纯水用量对提取效果的影响

在确定 20 mL 超纯水提取后，分别考察了不同体积的 50%乙腈水溶液用以沉淀蛋白对提取效果的影响。由图 5 (b) 可以看出，当 50%乙腈水溶液为 10 mL 时提取效果最佳。

本试验还对残渣进行第二次和第三次提取，进而考察提取效率。由试验结果表明，残渣中均未检测出牛磺酸，证明只需一次提取即可提取完全。

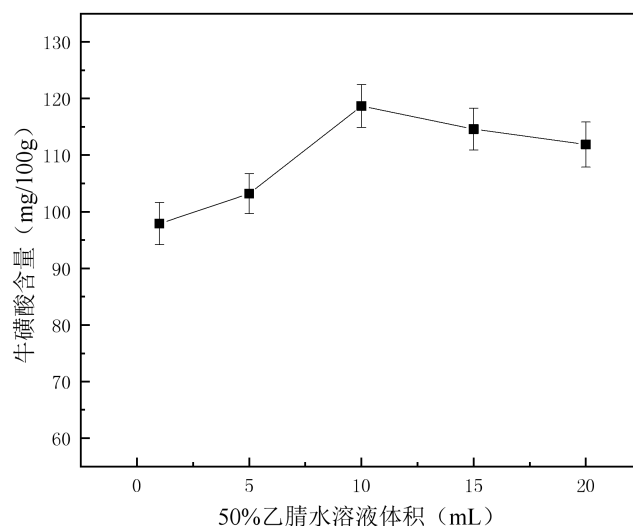


图 5 (b) 50%乙腈水溶液用量对提取效果的影响

3.4 提取方式的选择

选用鹅肉作为试验样品，分别考察了多管涡旋振荡、振荡、超声 3 种提取方式对提取效果的影响。由图 6 可知，鹅肉在 3 种提取方式下的牛磺酸含量分别是

120.76 mg/100g、101.40 mg/100g 和 97.46 mg/100g。因此，选择多管涡旋振荡提取方式。

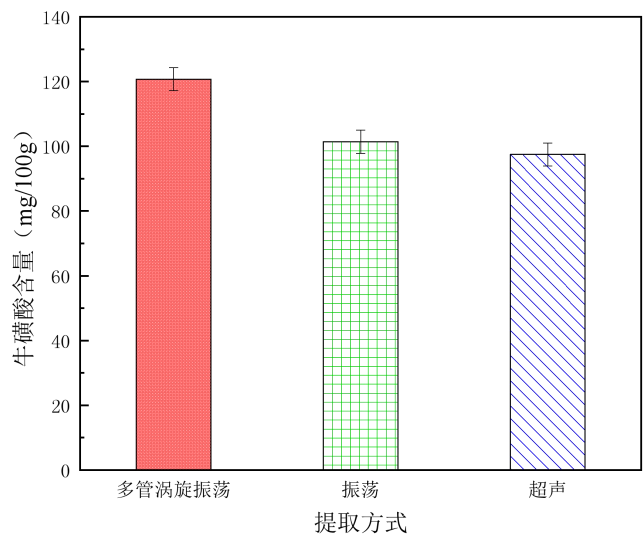


图 6 提取方式对提取效果的影响

3.5 提取时间的选择

选用鹅肉作为试验样品，分别考察了不同提取时间对提取效果的影响。由图 7 可知，当提取时间为 10 min 时，牛磺酸含量达到最大值；继续延长提取时间，由于提取效果已达饱和，牛磺酸含量趋于平缓。所以选择提取时间为 10 min。

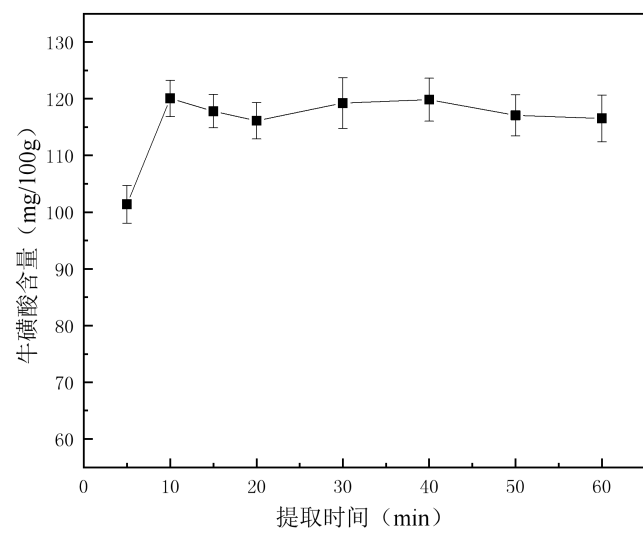


图 7 提取时间对提取效果的影响

3.6 称样量和试样稀释倍数的选择

因禽肉种类、品种、饲养方式、日龄、公母、部位的差异，其牛磺酸含量范围差异较大。本试验采集了不同禽肉品种，并对其进行含量测定，其结果见表 5。综合含量差异、试样上机浓度、标准曲线范围、加标添加量和方法定量限等因素，本试验选择了称样量为 1.0 g，离心后的上清液移取 0.1 mL 并用水定容至 10 mL。

表 5 禽肉中牛磺酸的含量

种类	品种	含量
鸡	重庆城口山地鸡胸肌肉	15 mg/100g ~ 30 mg/100g
	AA 肉鸡胸肌肉	5.0 mg/100g ~ 20 mg/100g
	狼山鸡胸肌肉	3.5 mg/100g ~ 18 mg/100g
	狼山鸡腿肌肉	40 mg/100g ~ 100 mg/100g
鸭	高邮鸭胸肌肉	50 mg/100g ~ 110 mg/100g
	高邮鸭腿肌肉	130 mg/100g ~ 180 mg/100g
	樱桃谷鸭胸肌肉	75 mg/100g ~ 130 mg/100g
	樱桃谷鸭腿肌肉	110 mg/100g ~ 170 mg/100g
鹅	天歌 1 号肉鹅胸肌肉	100 mg/100g ~ 140 mg/100g
鸽	上海申王 1 号肉鸽胸肌肉	180 mg/100g ~ 230 mg/100g
鹌鹑	黄羽鹌鹑胸肌肉	70 mg/100g ~ 100 mg/100g

3.7 试验前处理方法的确定

称取 1 g 试样（精确到 0.01g），于 50 mL 聚丙烯离心管中，加入 20 mL 水，涡旋振荡 10 min，再加入 10 mL 50%乙腈水溶液，涡旋振荡 10 min，10 000 r/min 离心 5 min。取 0.1 mL 上清液于 10 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀，过 0.22 μ m 滤膜后，供液相色谱-串联质谱仪测定。

3.8 样品基质效应

虽然前处理后进样瓶的上样溶液清澈，但不同样品组织产生的基质效应有差异，也会对目标分析物的分析过程产生干扰。这种干扰可能源自基质与目标分析物之间的相互作用，也可能源自基质对分析仪器响应的影响。因此，为准确定量目标物，需评估基质对目标物测定的影响。

按本试验方法处理 1.0g 禽肉样品，用上述试样溶液配制成浓度分别为 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 、0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 基质匹配标准工作溶液并上机测定。用基质匹配标准溶液各点对应的峰面积与禽肉样品本底值峰面积的差值为纵坐标，基质匹配标准工作溶液的浓度为横坐标，绘制基质匹配标准工作曲线，计算线性相关系数和斜率 (S_m)。同理，配制相同浓度点的纯溶剂标准工作溶液并上机测定，计算其线性相关系数和斜率 (S_s)。按如下公式 (1) 计算基质效应：

$$ME = \left(\frac{S_m}{S_s} - 1 \right) \times 100\% \quad (1)$$

若 $ME > 0$ ，表示为基质增强效应；若 $ME < 0$ ，表示为基质抑制效应。

当 $0 \leq |ME| \leq 20\%$ 时，说明基质对信号干扰较低，可忽略不计；当 $20 < |ME| < 50\%$ 时，说明为中等强度基质干扰；当 $|ME| \geq 50\%$ 时，说明为强基质干扰。

表 6 基质效应

基质	标准曲线方程	相关系数	ME
纯溶剂	$y=6707.9x-42746$	0.9976	/
鸡肉	$y=6550.1x+88794$	0.9993	2.35%
鸭肉	$y=6754.8x+80728$	0.9921	0.70%
鹅肉	$y=6668.7x+81187$	0.9975	0.58%
鸽肉	$y=6148.1x-86764$	0.9962	8.35%
鹌鹑肉	$y=6028.8x-197155$	0.9949	10.12%

由表 6 中的数据可知，鸡肉、鸭肉、鹅肉、鸽肉和鹌鹑肉中牛磺酸的基质效应 ME 值均小于 20%，说明禽肉中牛磺酸的基质效应较弱，可忽略不计。因此，本试验采用超纯水直接配制溶剂标准工作溶液并绘制标准曲线进行定量。

4. 方法学评价

4.1 线性范围

本试验精密取适量牛磺酸标准中间液 (10 $\mu\text{g/mL}$)，用水配制成 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 、0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 系列标准工作溶液，现用现配。以目标物峰面积对其质量浓度绘制标准曲线，计算线性方程及相关系数。由结果可知，在 0.01 $\mu\text{g/mL}$ ~1.0 $\mu\text{g/mL}$ 范围内， $y=6542.1247x+174505.627$

($R^2=0.9962$)，线性良好。说明选择 0.01 $\mu\text{g/mL}$ ~1.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围，绘制标准工作曲线，是合理的。不同试验阶段的标准工作曲线线性的结果见表 7。

表 7 标准工作曲线线性

试验日期	试验目的	测定样品	相关系数
2024.06.05	标准曲线线性	—	0.9960
2024.06.10	色谱柱选择	—	0.9983
2024.07.02	标准曲线线性	—	0.9992
2024.07.05	流动相条件	—	0.9985
2024.07.08	提取试剂选择	鹅肉	0.9989
2024.07.12	提取方式选择	鹅肉	0.9970
2024.07.15	提取时间	鹅肉	0.9962
2024.08.06	实际样品测定	禽肉	0.9991
2024.08.10	检出限和定量限	禽肉	0.9980
2024.08.12	回收率	禽肉	0.9983
2024.08.15	精密度	禽肉	0.9988

4.2 方法的灵敏度

因受样品基质的影响，又未找到牛磺酸阴性鸡肉、鸭肉、鹅肉等禽肉样品，从而无法获得在检出限或接近检出限的样品数据，所以采用 GB/T 27417-2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》中校准方程的适用范围评估方法检出限（LOD）和定量限（LOQ）。即测定一组标准曲线溶液，并重复测定禽肉样品 20 次，代入下列公式（2）和公式（3）计算，得鸡肉、鸭肉、鹅肉、鸽肉和鹌鹑肉的 LOD 分别为 0.66 mg/100g、0.62 mg/100g、0.61 mg/100g、0.90 mg/100g、0.88 mg/100g，及其 LOQ 分别为 2.20 mg/100g、2.07 mg/100g、2.05 mg/100g、2.99 mg/100g、2.94 mg/100g。综上所述，确定本试验的 X_{LOD} 为 1.0 mg/100g 和 X_{LOQ} 为 3.0 mg/100g。

$$X_{\text{LOD}} = \frac{3S}{b} \tag{2}$$

$$X_{\text{LOQ}} = \frac{10S}{b} \tag{3}$$

式中： S —禽肉样品重复测定 20 次的校准标准误差； b —标准曲线线性回归

方程的斜率。

4.3 方法的精密度

按试验前处理方法提取鸡肉、鸭肉、鹅肉、鸽肉、鹌鹑肉中牛磺酸并用液相色谱-串联质谱法测定其峰面积和浓度，计算牛磺酸含量和批内相对标准偏差（RSD），结果见表 8。按同样的方式进行 6 个批次试验，计算批间相对标准偏差（RSD），结果见表 9。由表 8 和表 9 可知，相对标准偏差低于 GB/T27404 附录 F（5.3%）的要求，说明试验具有很好的重复性，精密度高。

表 8 批内精密度（n=6）

基质	实测值 (mg/100g)						平均值 (mg/100g)	RSD (%)
	1	2	3	4	5	6		
鸡肉	22.68	21.07	19.63	22.09	20.62	21.97	21.34±1.12	5.25
鸭肉	76.36	78.44	82.02	75.49	79.64	77.58	78.26±2.36	3.01
鹅肉	120.02	119.67	120.66	125.98	128.02	126.49	123.47±3.75	3.04
鸽肉	200.57	195.48	204.95	199.44	190.42	201.20	198.68±5.07	2.55
鹌鹑肉	85.47	86.08	90.21	86.06	87.95	89.53	87.55±1.99	2.28

表 9 批间精密度（n=6）

基质	实测值 (mg/100g)						平均值 (mg/100g)	RSD (%)
	1	2	3	4	5	6		
鸡肉	21.34	23.14	20.07	22.25	21.28	22.40	21.75±1.08	4.96
鸭肉	78.26	77.98	77.46	75.93	74.45	80.35	77.41±2.03	2.63
鹅肉	123.47	116.72	124.44	118.92	115.90	126.08	120.92±4.30	3.55
鸽肉	198.68	196.95	205.05	199.77	192.62	207.06	200.02±5.31	2.65
鹌鹑肉	87.55	86.21	80.55	82.04	82.83	83.73	83.82±2.63	3.13

4.4 方法的准确度

准确称取做批间精密度的禽肉样品，因为批间精密度的相对标准偏差RSD低于GB/T 27404 附录F（5.3%）精密度的要求，所以批间精密度（表9）中的平均值可以作为这5种禽肉样品的牛磺酸含量。

因为牛磺酸不是禁用物质，没有测定低限和最高残留限量（MRL）的规定，所以加标回收试验的三个浓度水平满足实际需求即可。综合各类禽肉中牛磺酸含量和本试验标准曲线线性范围，在5种样品中分别添加低、中、高3个浓度水平标准溶液，使添加量约为本底值的25%、50%、100%，每一浓度6次平行，计算方法的回收率。根据下列公式（4）计算回收率。由表10可知，5种样品的平均回收率均在95%~105%范围内，相对标准偏差低于5.3%，符合GB/T 27404附录F的要求，说明试验准确度高。禽肉及其添加样品中牛磺酸的特征离子色谱图见图8。

$$\text{回收率} = \frac{A-B}{C} \times 100\% \quad (4)$$

式中：A—加标后样品中牛磺酸含量的数值（mg/100g）；B—样品中牛磺酸含量的数值（mg/100g）；C—牛磺酸标准品添加量的数值（mg/100g）。

表 10 准确度（n=6）

样品名称	本底值 (mg/100g)	添加量 (mg/100g)	回收率 (%)						同一添加浓度平均回收率(%)	RSD (%)
鸡肉	21.75	5	99.50	96.00	95.50	95.45	103.23	96.88	97.76±3.07	3.14
		10	97.70	99.10	95.20	103.67	98.92	100.2	99.13±2.80	2.83
		20	104.07	99.00	96.80	100.33	99.01	97.49	99.45±2.58	2.60
鸭肉	77.41	20	104.00	101.50	97.00	102.94	100.06	97.47	100.50±2.86	2.84
		40	99.50	103.90	101.40	96.07	99.32	99.27	99.91±2.60	2.60
		80	97.73	101.07	98.13	104.89	97.01	98.88	99.62±2.93	2.94
鹅肉	120.92	30	97.50	102.00	101.50	95.98	99.27	99.66	99.32±2.30	2.32
		60	96.30	101.30	98.20	100.04	99.33	97.61	98.80±1.79	1.82
		120	104.93	103.20	98.93	104.23	99.63	98.05	101.50±2.97	2.93
鸽肉	200.02	50	95.50	97.00	100.00	95.99	104.34	99.08	98.65±3.29	3.33
		100	98.70	101.10	104.87	102.02	98.54	99.66	100.82±2.41	2.39
		200	96.78	98.73	102.13	100.55	97.85	100.61	99.44±2.00	2.01
鹌鹑肉	83.82	20	95.09	103.10	97.90	98.80	100.98	102.32	99.70±3.01	3.02
		40	96.54	102.64	99.03	97.70	100.02	97.57	98.92±2.19	2.22
		80	100.67	103.80	98.20	100.63	99.09	101.45	100.64±1.95	1.94

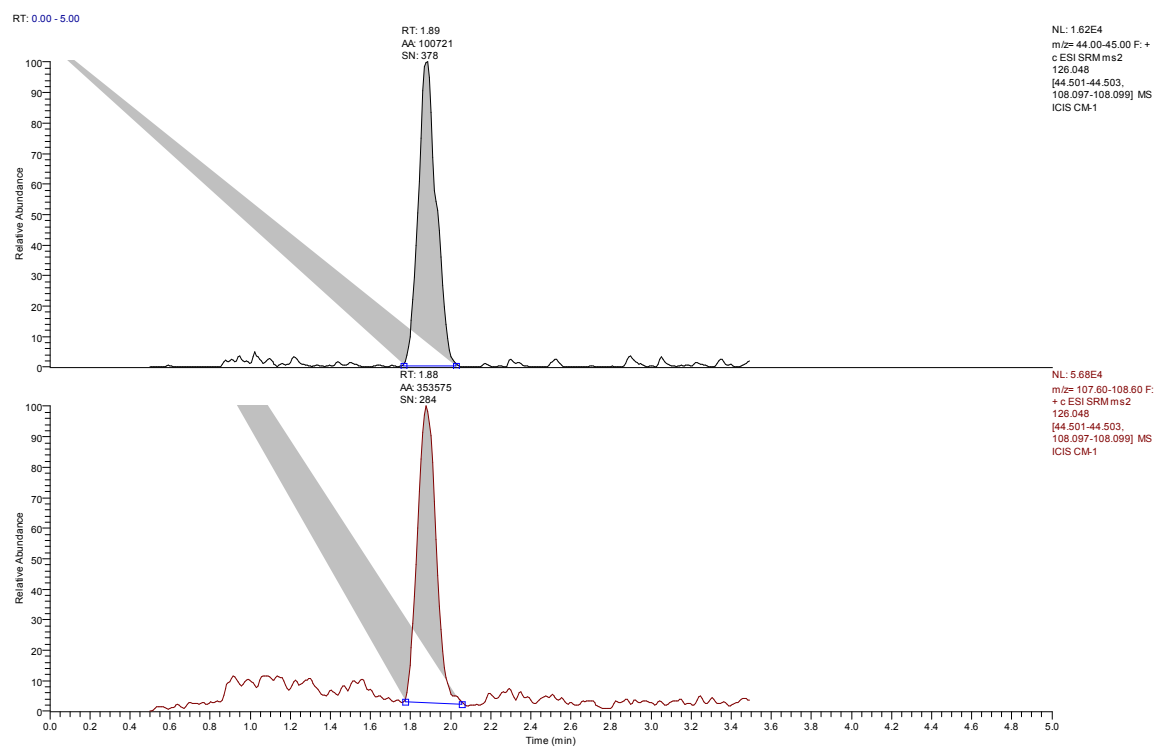


图 8-1(a) 鸡肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

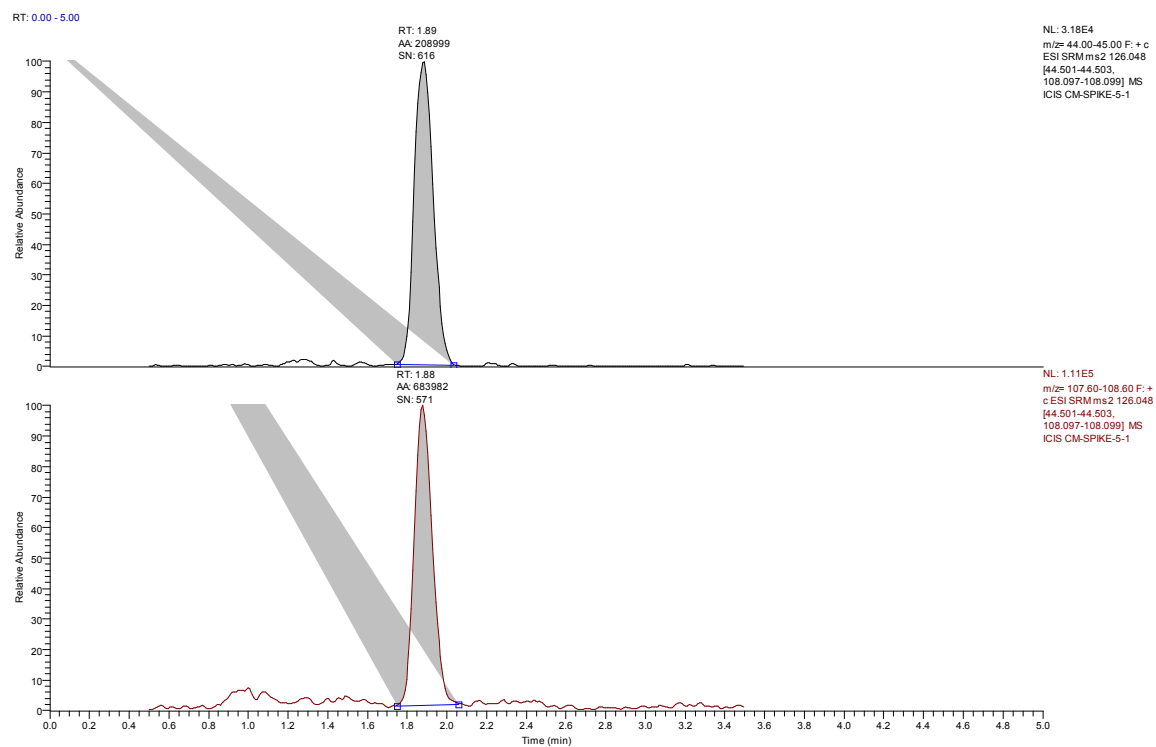


图 8-1(b) 添加量为 5 mg/100g 鸡肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

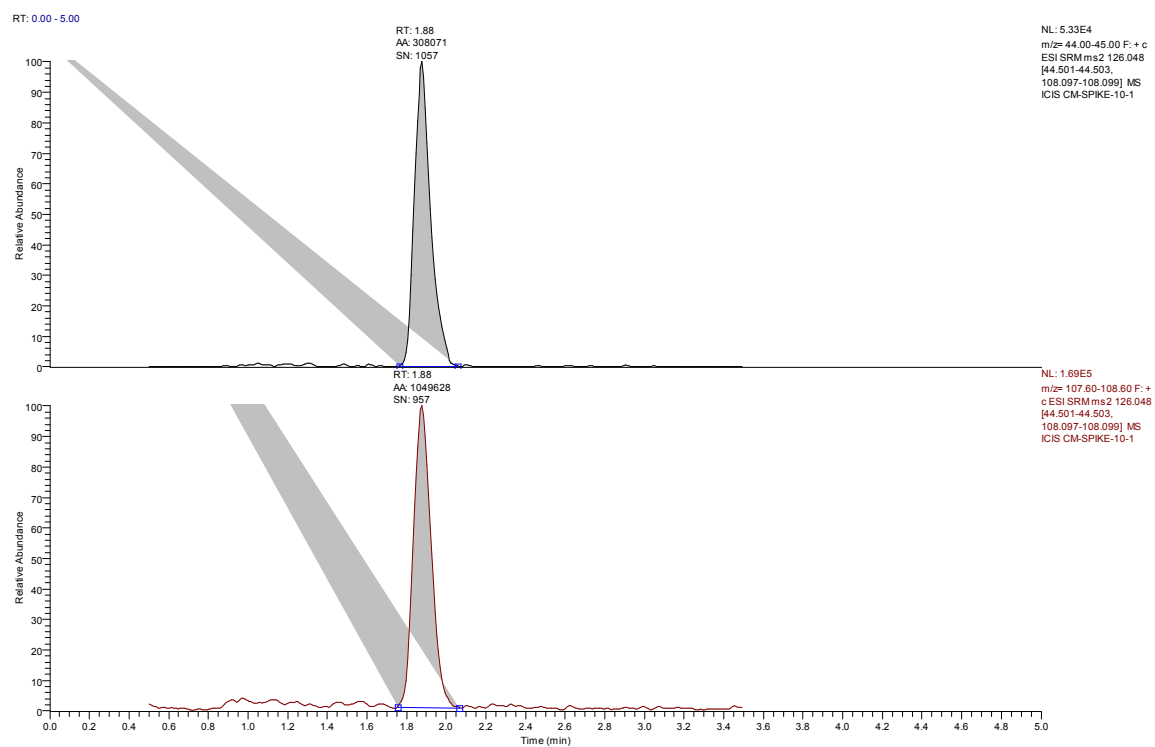


图 8-1(c) 添加量为 10 mg/100g 鸡肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

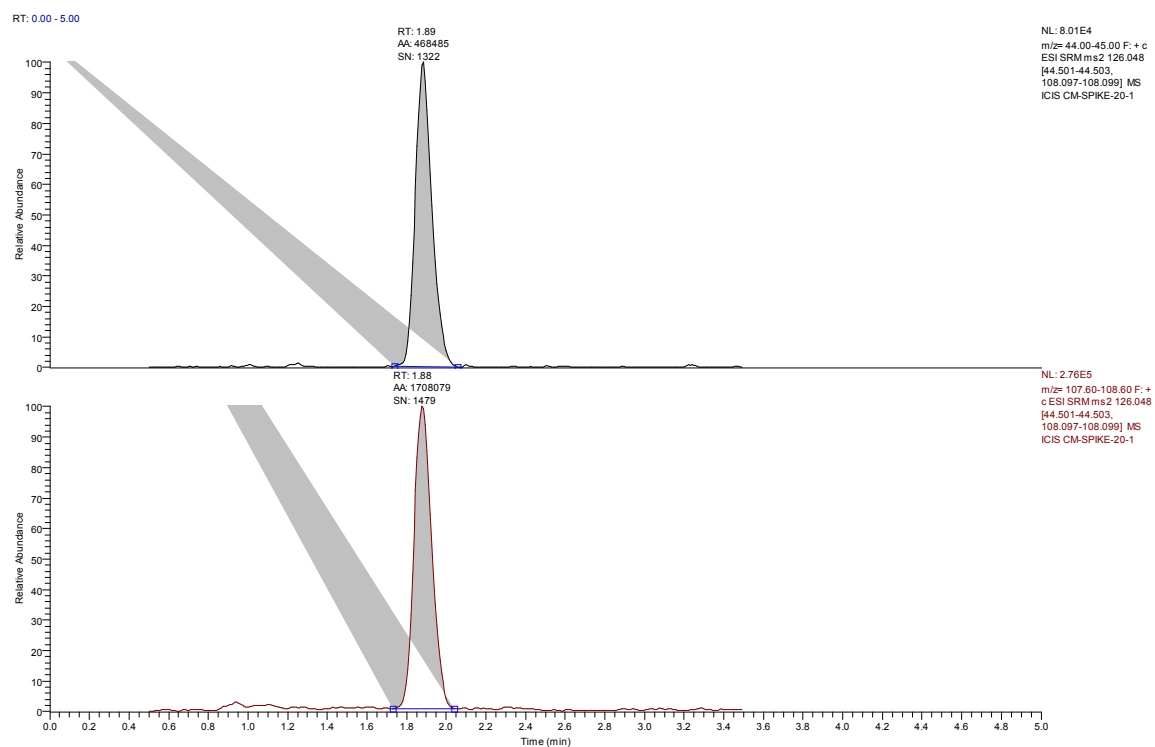


图 8-1(d) 添加量为 20 mg/100g 鸡肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

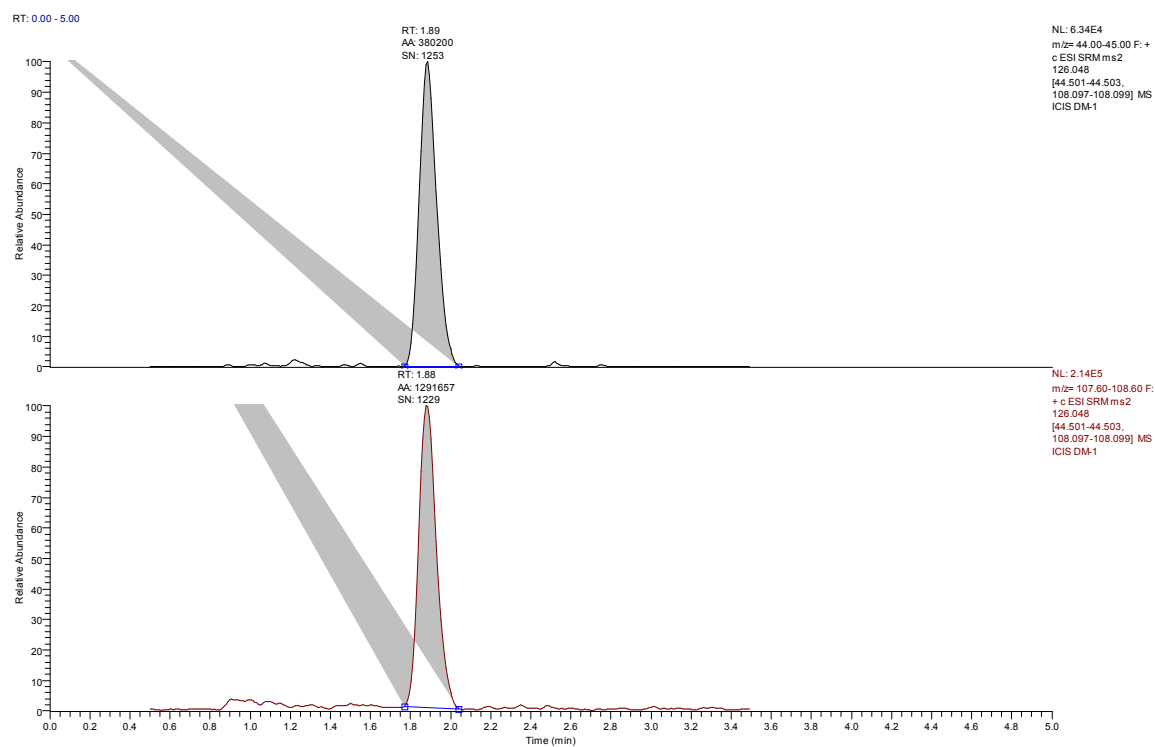


图 8-2(a) 鸭肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

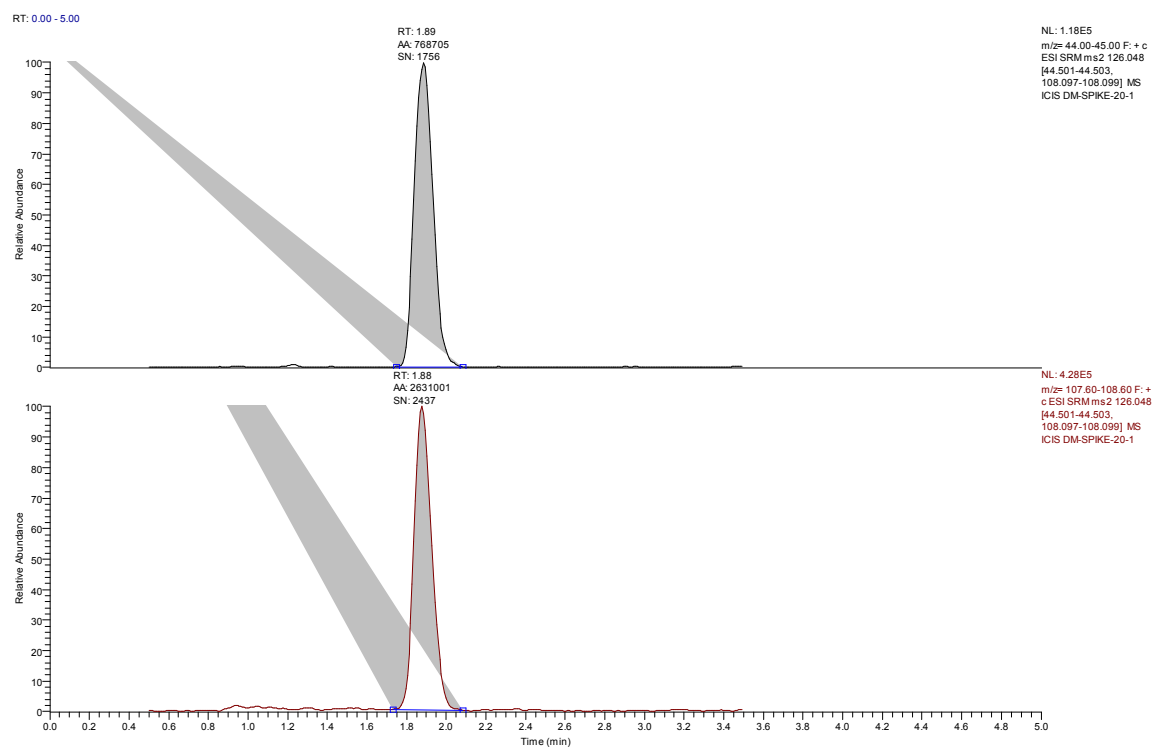


图 8-2(b) 添加量为 20 mg/100g 鸭肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

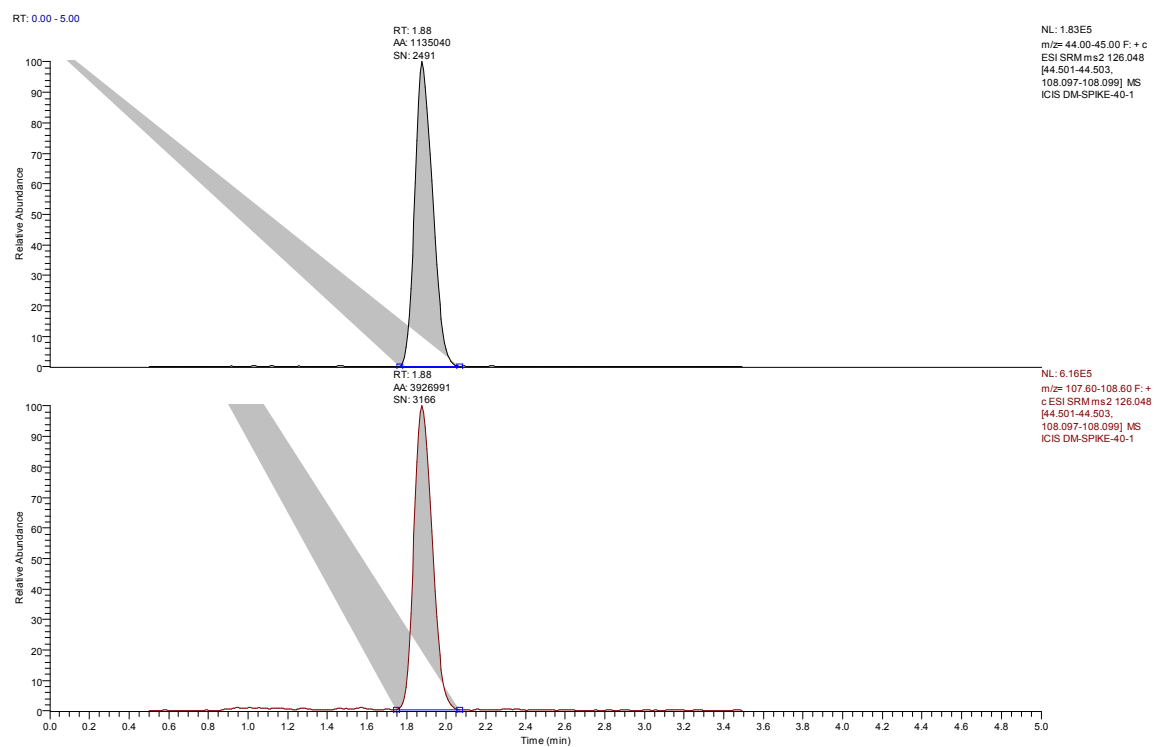


图 8-2(c) 添加量为 40 mg/100g 鸭肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

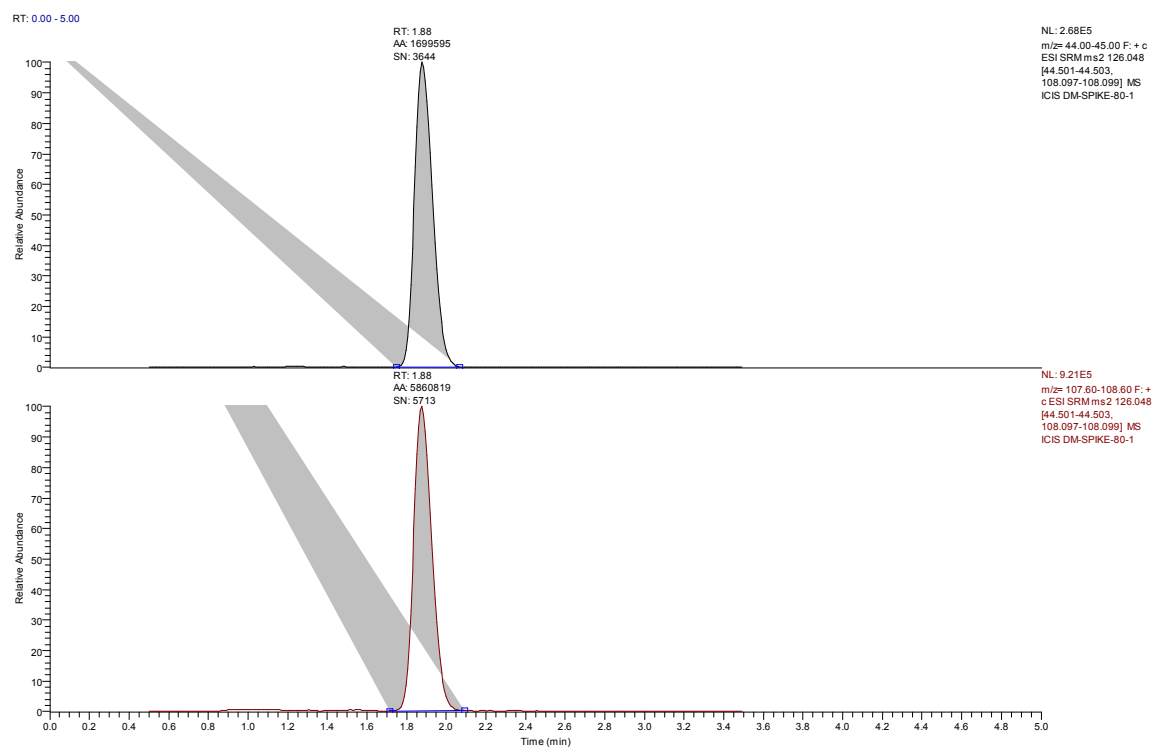


图 8-2(d) 添加量为 80 mg/100g 鸭肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

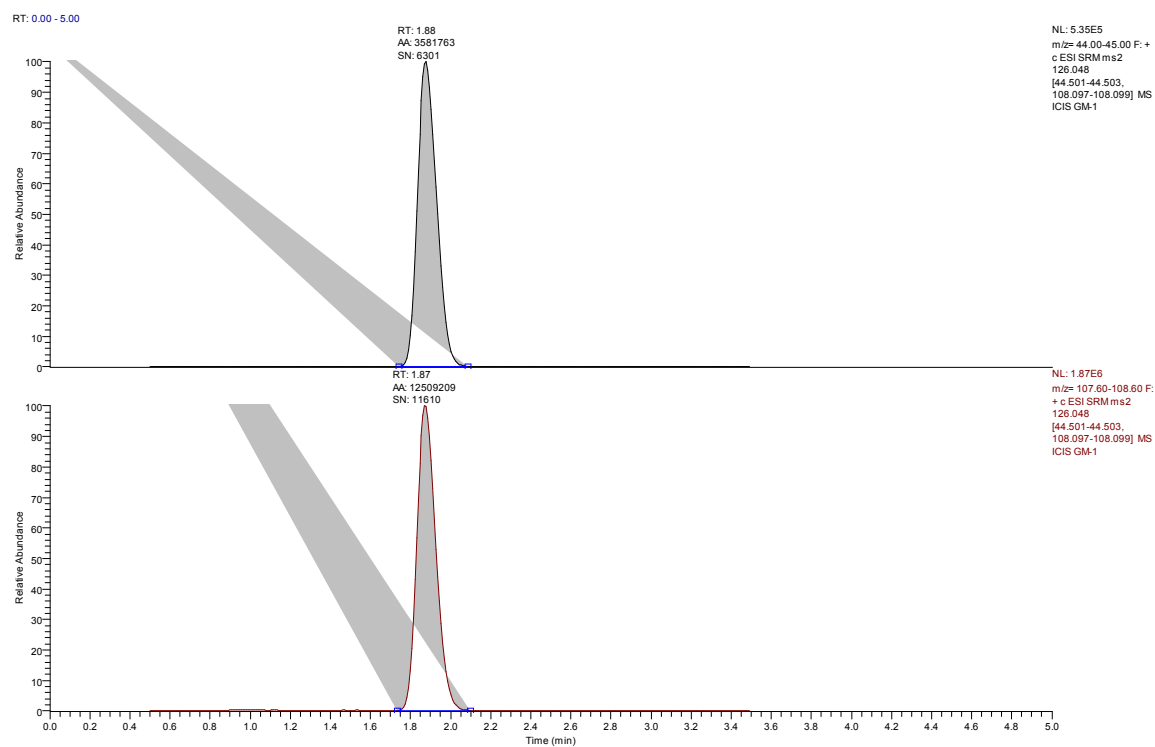


图 8-3(a) 鹅肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

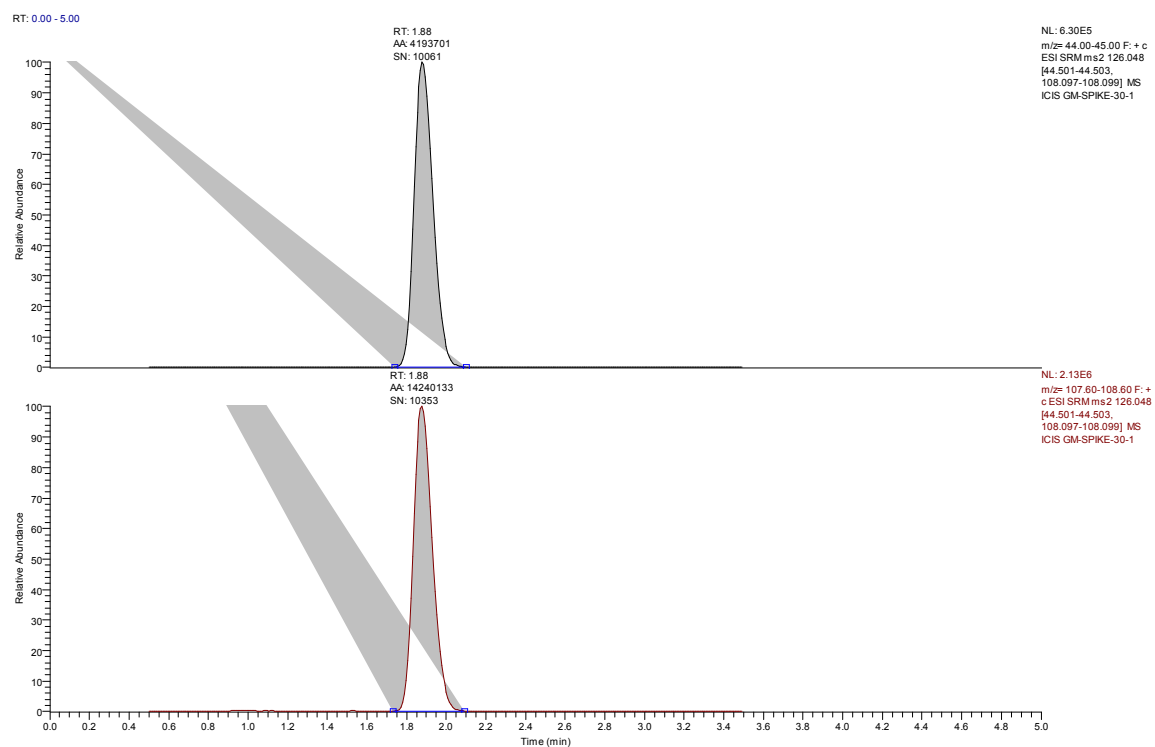


图 8-3(b) 添加量为 30 mg/100g 鹅肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

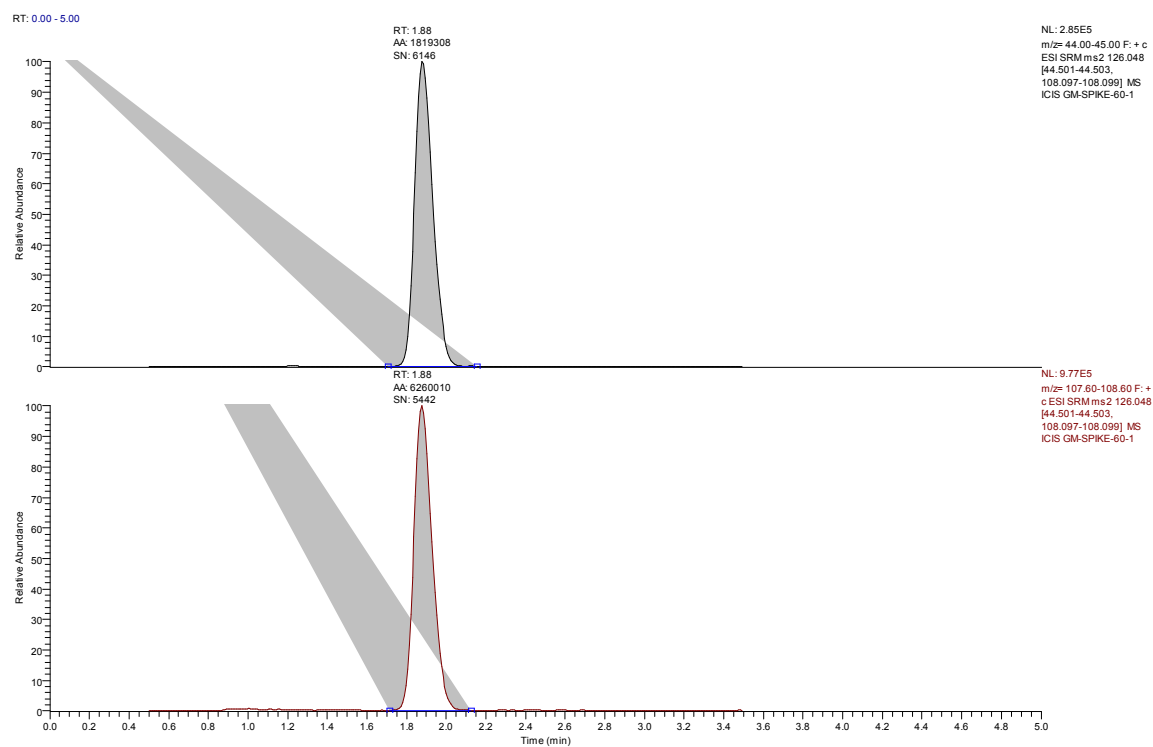


图 8-3(c) 添加量为 60 mg/100g 鹅肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

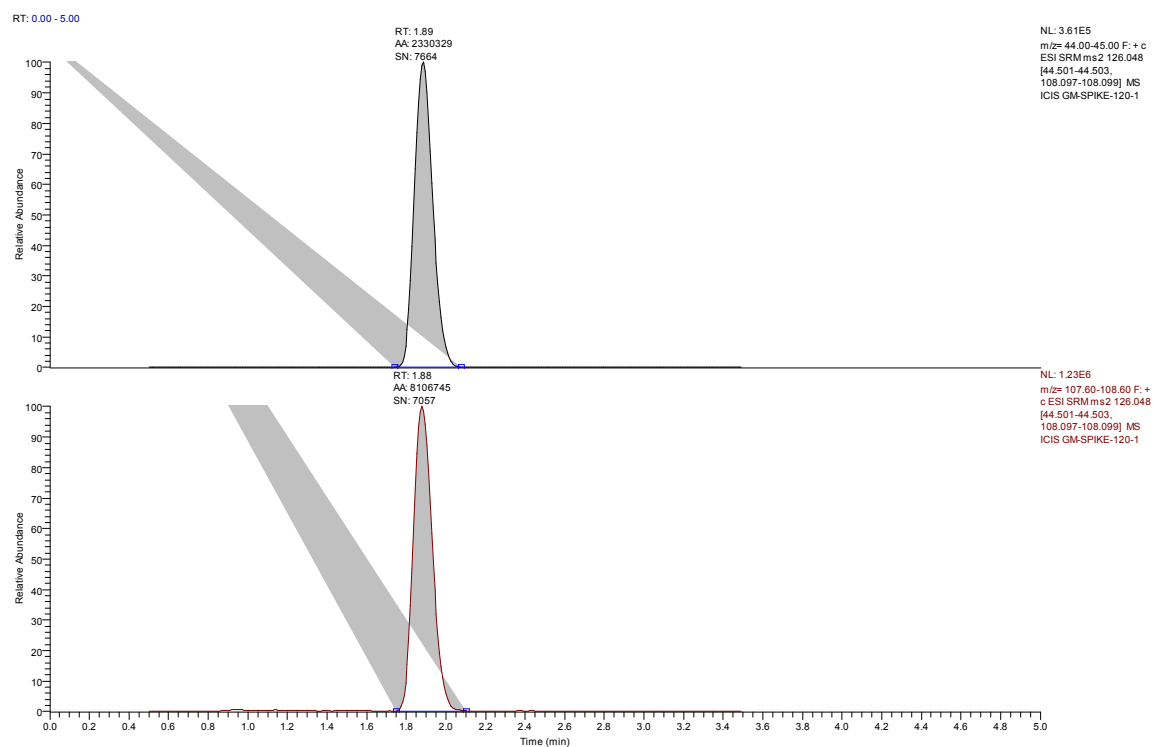


图 8-3(d) 添加量为 120 mg/100g 鹅肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

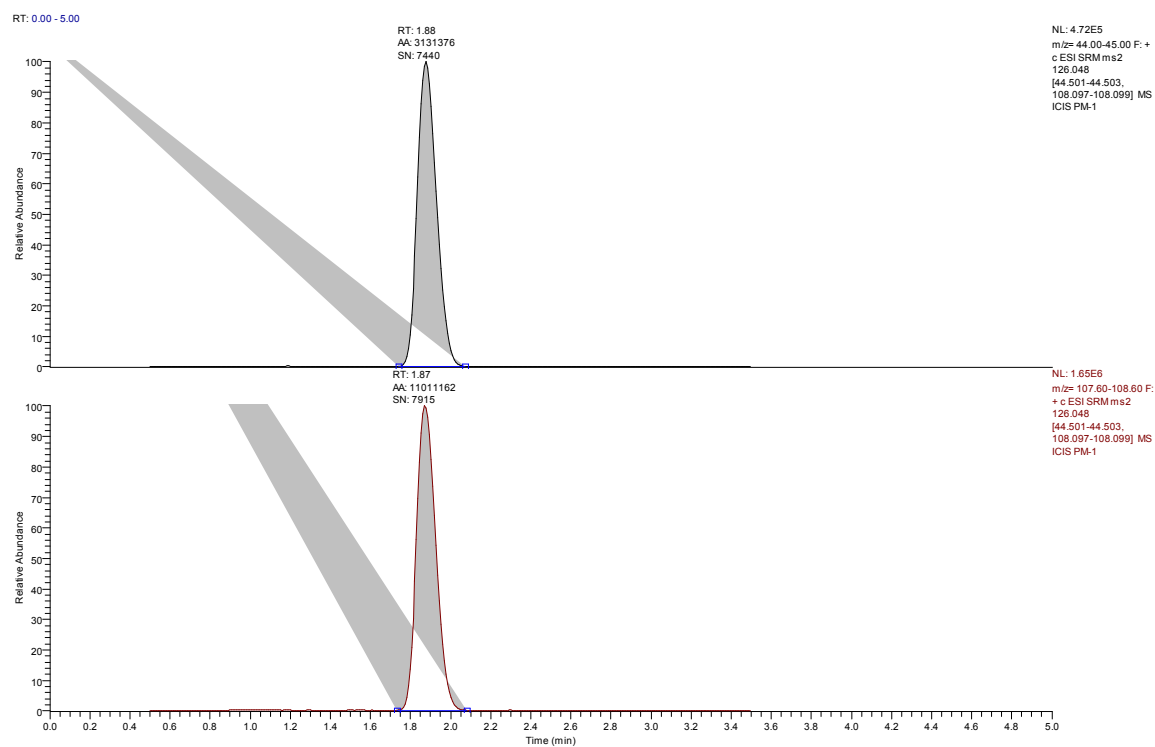


图 8-4(a) 鸽肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

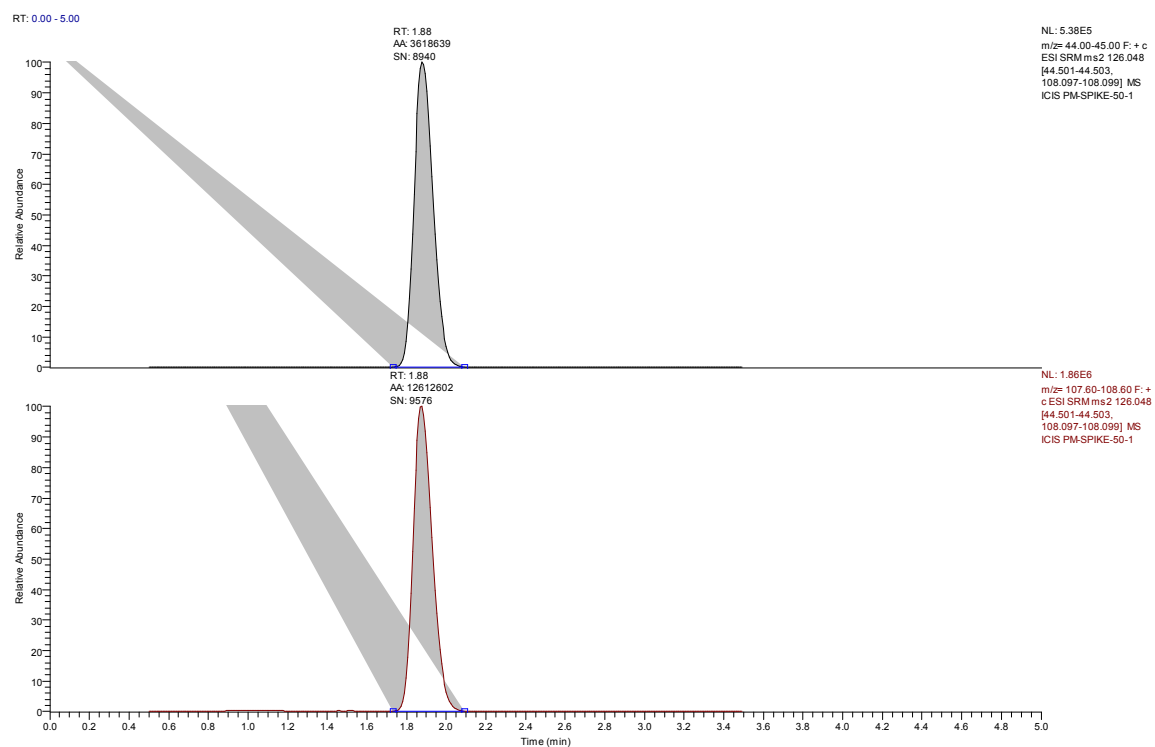


图 8-4(b) 添加量为 50 mg/100g 鸽肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

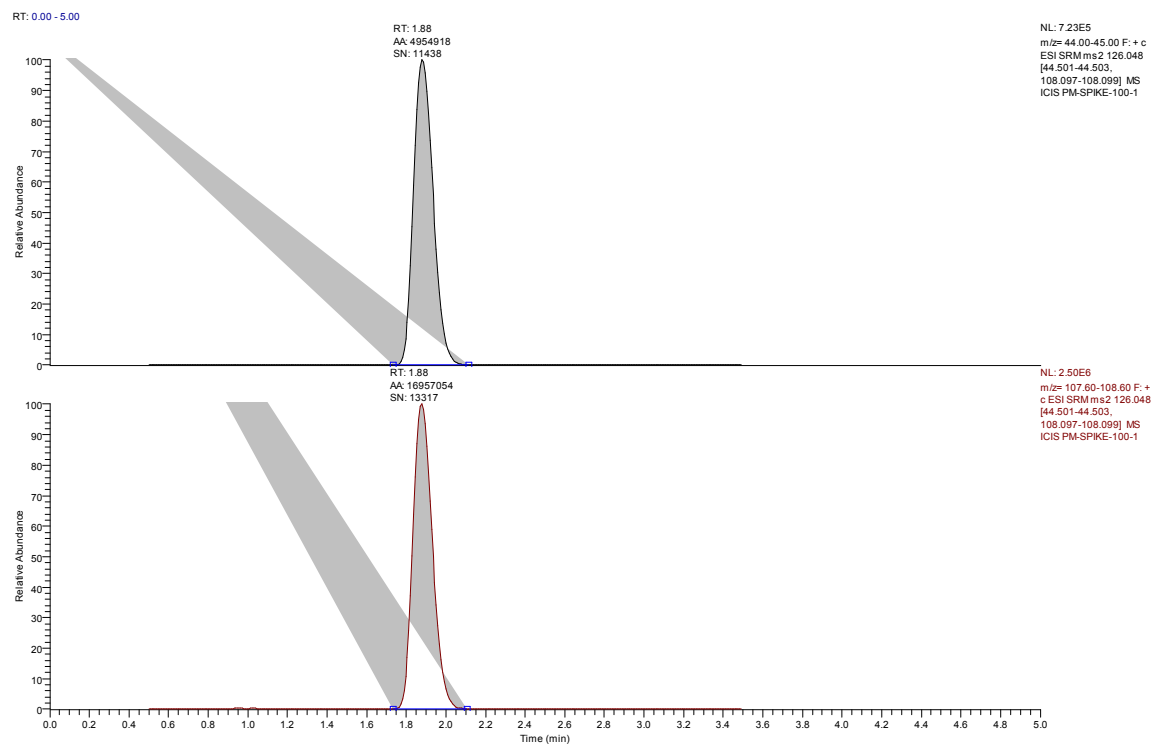


图 8-4(c) 添加量为 100 mg/100g 鸽肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

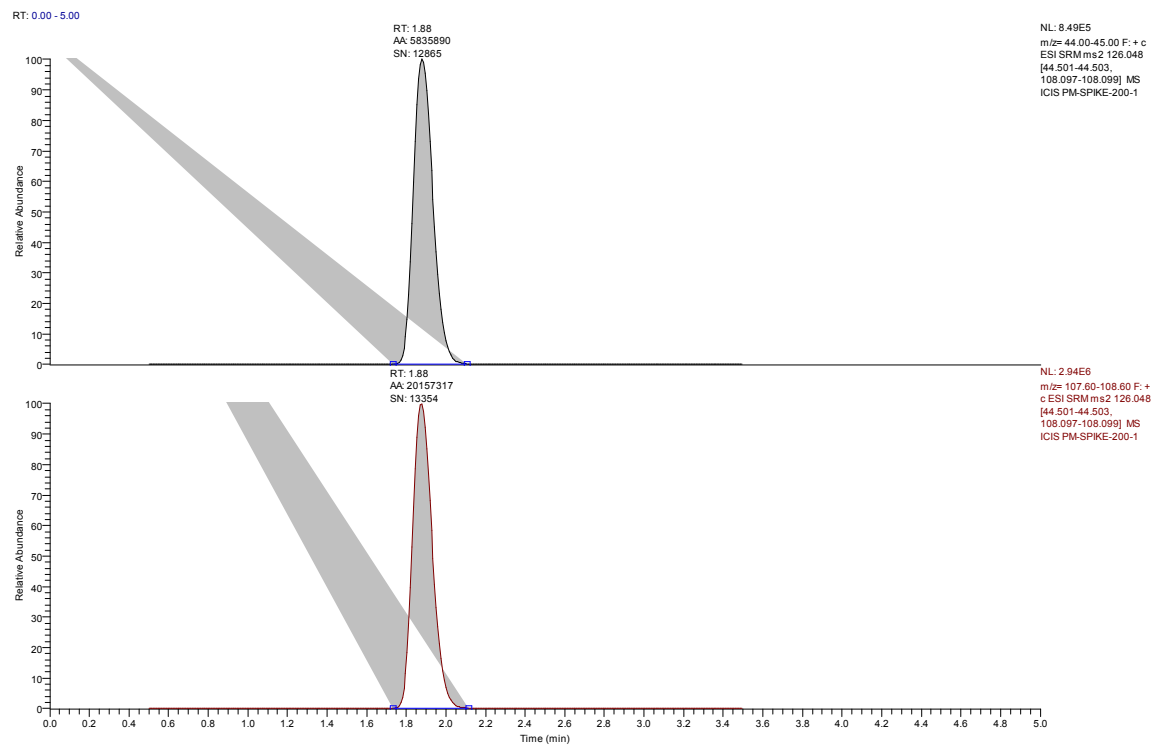


图 8-4(d) 添加量为 200 mg/100g 鸽肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

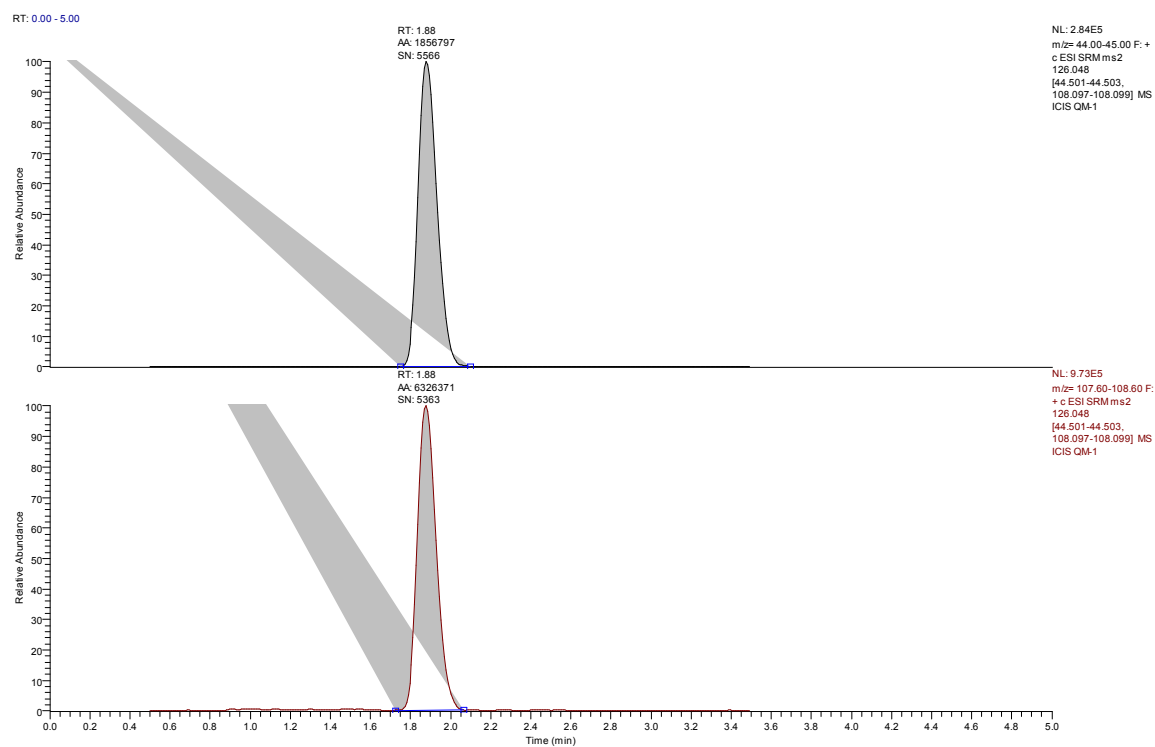


图 8-5(a) 鹌鹑肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

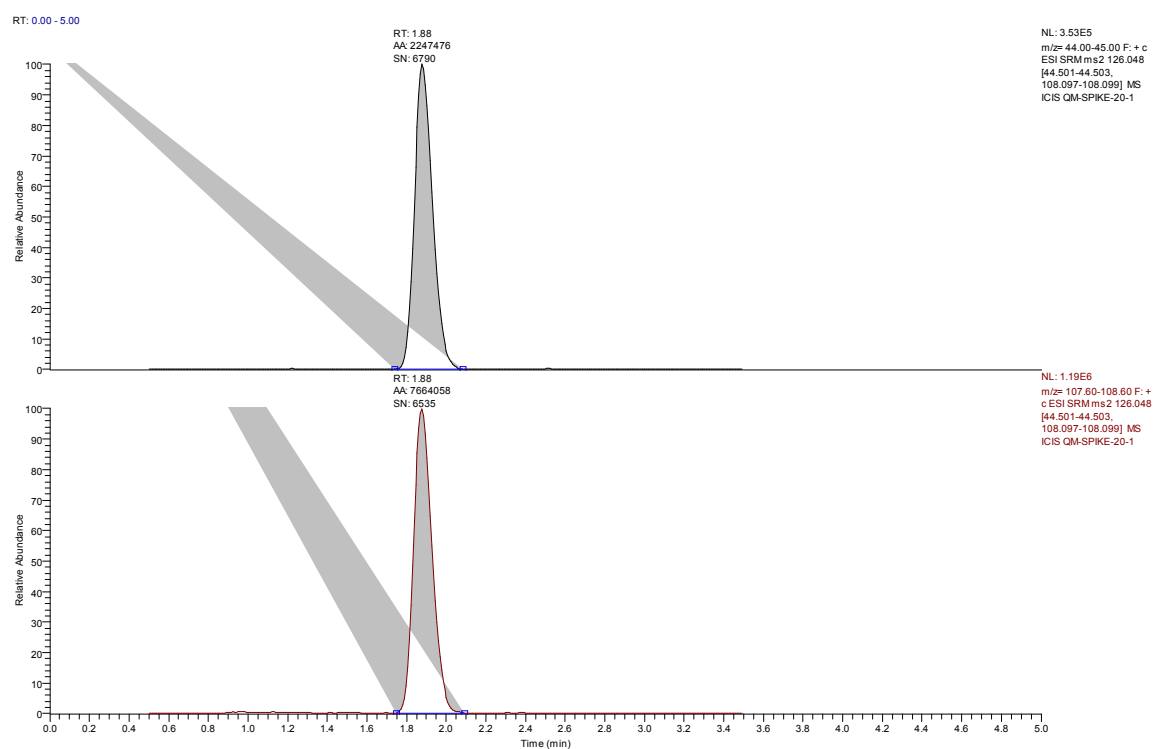


图 8-5(b) 添加量为 20 mg/100g 鹌鹑肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

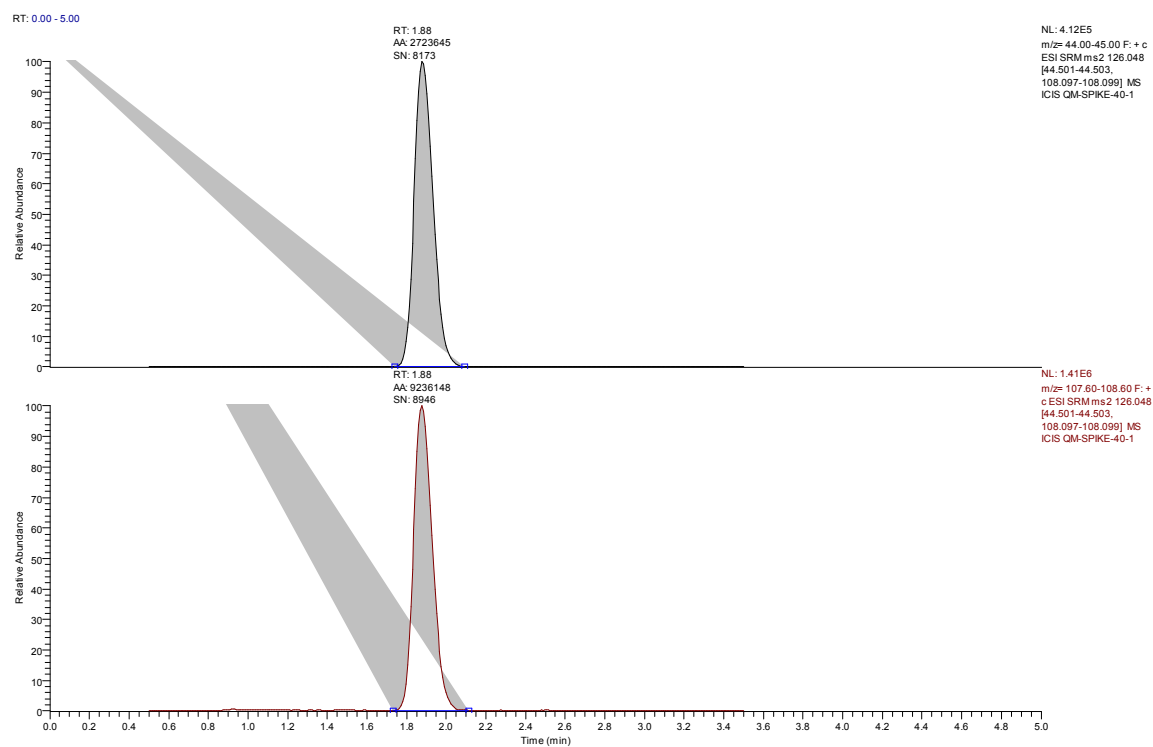


图 8-5(c) 添加量为 40 mg/100g 鹌鹑肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

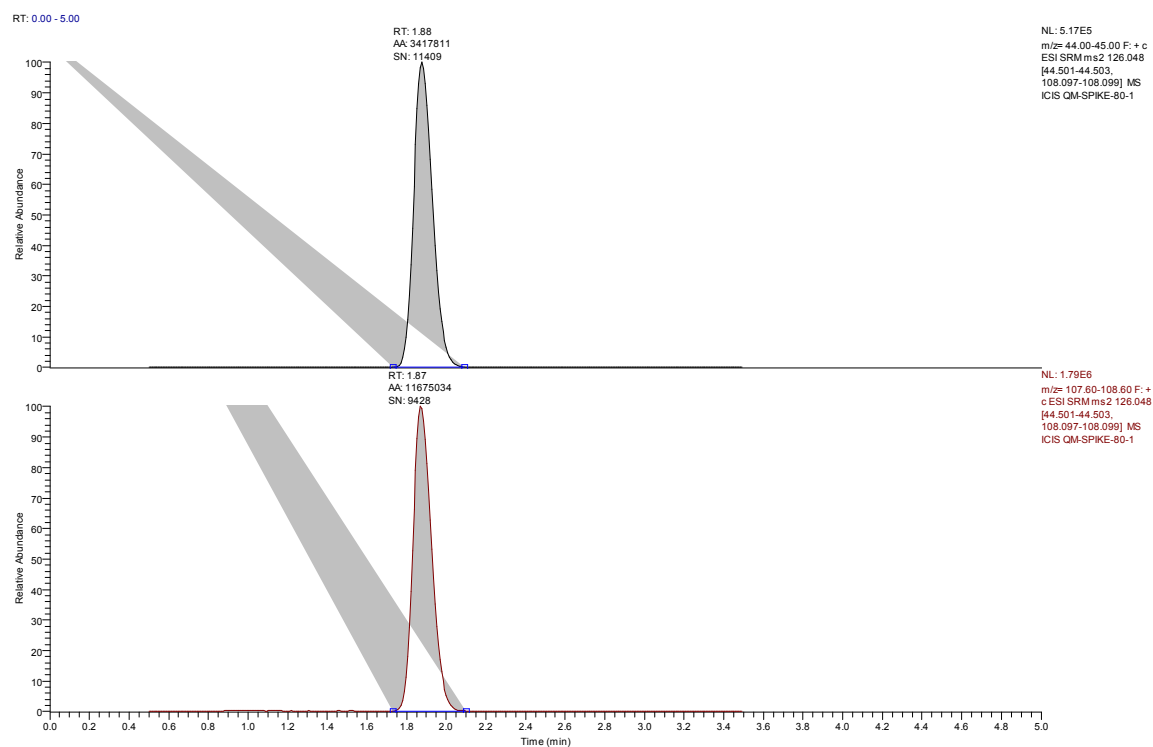


图 8-5(d) 添加量为 80 mg/100g 鹌鹑肉样品中牛磺酸特征离子色谱图

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

（一）实验室间方法学验证及数据

将统一制备的鸡肉、鸭肉、鹅肉、鸽肉、鹌鹑肉样品，同时送至农业农村部农产品质量安全检验检测中心（实验室1）、深圳市农产品质量安全检验检测中心（实验室2）、苏州帕诺米克生物医药科技有限公司（实验室3）3个参加方法学验证的实验室，分别对标准曲线的线性相关系数（表11）、精密度（表12）、准确度（表13）进行验证。

表11 线性回归方程及相关系数

验证单位	线性范围（ $\mu\text{g/mL}$ ）	线性方程	相关系数
实验室1	0.01 ~ 2.0	$y = 6069.47x + 396354.31$	0.9941
实验室2	0.01 ~ 2.0	$y = 8038.48x + 86276.7$	0.9945
实验室3	0.01 ~ 2.0	$y = 14086x + 84334$	0.9982

表12 精密度（n=6）

样品名称	实验室1		实验室2		实验室3	
	批内 RSD (%)	批间 RSD (%)	批内 RSD (%)	批间 RSD (%)	批内 RSD (%)	批间 RSD (%)
鸡肉	5.02	4.94	4.53	4.70	4.53	5.26
鸭肉	2.09	3.26	2.01	3.20	3.02	4.02
鹅肉	3.46	3.73	2.78	3.50	2.57	2.96
鸽肉	3.06	2.58	3.44	2.21	2.82	3.65
鹌鹑肉	4.00	3.97	2.99	3.47	3.42	4.14

表 13 准确度 (n=6)

样品名称	实验室1		实验室2		实验室3	
	添加量 (mg/100g)	平均回收率 (%)	添加量 (mg/100g)	平均回收率 (%)	添加量 (mg/100g)	平均回收率 (%)
鸡肉	5	100.18 ± 3.56	5	97.90 ± 2.58	5	101.58 ± 2.49
	10	101.93 ± 2.52	10	102.19 ± 2.74	10	98.43 ± 1.81
	20	99.07 ± 2.66	20	103.04 ± 1.94	20	99.73 ± 3.08
鸭肉	20	97.98 ± 2.96	20	100.20 ± 3.31	20	99.74 ± 2.91
	40	101.66 ± 2.34	40	101.71 ± 1.92	40	100.86 ± 3.63
	80	99.37 ± 1.38	80	99.71 ± 2.13	80	100.48 ± 1.48
鹅肉	25	100.14 ± 3.83	25	101.88 ± 3.05	30	102.12 ± 2.18
	50	99.69 ± 1.79	50	98.73 ± 2.54	60	100.15 ± 2.53
	100	99.49 ± 1.06	100	99.77 ± 1.73	120	98.90 ± 2.67
鸽肉	50	100.74 ± 3.15	50	97.02 ± 1.58	55	97.96 ± 2.68
	100	99.35 ± 2.43	100	100.83 ± 3.10	110	99.31 ± 3.29
	200	100.13 ± 2.59	200	101.19 ± 2.21	220	101.10 ± 2.42
鹌鹑肉	20	98.60 ± 2.81	20	97.54 ± 2.06	22.5	99.24 ± 2.17
	40	98.64 ± 1.91	40	101.16 ± 2.24	45	100.56 ± 2.67
	80	100.12 ± 2.44	80	103.18 ± 1.72	90	100.27 ± 1.37

(二) 主要试验结论

本试验是针对液相色谱-串联质谱法检测禽肉中牛磺酸含量进行的方法学验证。对以下七个方面进行了试验分析：包括样品前处理条件、仪器分析条件、标准曲线的相关系数、方法检出限和定量限、方法精密度、方法准确度以及实验室间方法学验证。通过验证以证明所采用的试验方法及试验条件适合禽肉中牛磺酸的检测。验证方案的实施结果见表14。

表14 验证方案的实施结果

试 验	可接受标准	结 果	合格/不合格
前处理条件	提取完全	试验结果满意	—
仪器分析条件	仪器条件能够满足定量要求	试验结果满意	—
相关系数	$R > 0.99$	$R > 0.9945$	合格
检出限和定量限	检出限和定量限能够满足禽肉中牛磺酸检测要求	检出限: 1.0 mg/100g 定量限: 3.0 mg/100g	合格
精密度	$RSD \leq 5.3\%$	$RSD \leq 5.25\%$	合格
准确度	回收率在95%~105%之间	97.76%~101.50%	合格
实验室间方法学验证	$RSD \leq 5.3\%$ 回收率在95%~105%之间	实验室1: $RSD: \leq 5.02\%$ 回收率: 97.98%~101.93%	合格
		实验室2: $RSD: \leq 4.70\%$ 回收率: 97.02%~103.18%	
		实验室3: $RSD: \leq 5.26\%$ 回收率: 97.96%~102.12%	

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

尚未查询到国际、国内同类标准。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

充分查阅相关文献，并根据我国目前试验检测水平的实际情况完成标准制定工作，不存在采标问题。

六、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系

在标准制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法规和规章，严格执行强

性国家标准和行业标准。与同体系标准及相关的各项基础标准以及配套使用的取样、试剂规格等标准相衔接，遵循了政策性和协调统一性的原则。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中没有出现重大分歧。

八、涉及专利的有关说明

目前没有识别到与标准有关的专利。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

本标准食品营养成分检验方法类标准，能将检测工作朝着更加科学、规范的方向发展，使政府管理部门决策的依据更科学。建议通过一下措施大力宣传，组织培训学习新版标准，使其尽快贯彻实施。

1、在《中国家禽》、中国家禽信息网、食品检验网、食品标准网等有关媒体上宣传本标准；

2、通过有关行政、技术推广部门介绍、宣传本标准；

3、通过有关会议介绍本标准；

4、严格执行《禽肉中牛磺酸的测定 液相色谱串联质谱法》标准，强化标准化意识，保证测定数据的可靠性、科学性和准确性。

十、其他应予说明的事项

无。

预审会议审查意见汇总处理表

标准名称： 禽肉中牛磺酸的测定 液相色谱-串联质谱法

共 4 页

标准起草单位： xxx 等

2025 年 6 月 19 日填写

序号	标准章 条编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
1	英文题目	将“spectrometry”修改为“spectrometric”	专家组	采纳	
2	前言	将“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》的相关规定起草。”修改为“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。”	专家组	采纳	
3	前言	将“本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出。”修改为“本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。”	专家组	采纳	
4		标准文本结构按以下修改：1 范围、2 规范性引用文件、3 术语和定义、4 原理、5 试剂或材料、6 仪器设备、7 样品、8 试验步骤、9、测定、10 试验数据处理、11 精密度、12 检出限和定量限	专家组	采纳	
5	1	将“本文件规定了禽肉中牛磺酸的液相色谱-串联质谱测定方法。”修改为“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。”	专家组	采纳	

6	1	将“本文件适用于鸡肉、鸭肉、鹅肉、鸽肉、鹌鹑肉中牛磺酸的测定。”修改为“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。”	专家组	采纳	
7	5	将“除非另有规定，所有试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。”修改为“除非另有规定，仅使用分析纯。”，同时将“水为符合 GB/T 6682 规定的一级水”修改为“5.1 水：GB/T 6682，一级。”	专家组	采纳	
8	5.4	将 5.2.1 内容“50%乙腈水溶液：取 500 mL 乙腈（5.1.1），用水定容至 1 L，混匀。”修改为“50%乙腈溶液：取 500 mL 乙腈（5.2），用水稀释至 1 L，混匀。”	专家组	采纳	
9	5.6	将“牛磺酸标准储备液：称取 0.1 g（精确至 0.01 mg）牛磺酸标准品置于 100 mL 棕色容量瓶中，用水溶解并定容，配制成浓度为 1.0 mg/mL 的牛磺酸标准储备液，”修改为“标准储备溶液：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。”	专家组	采纳	
10	5.7	将“5.4.1”和“5.4.2”内容合并并修改为“5.7 标准中间溶液(1 µg/mL)：精密量取标准储备溶液（5.6）0.1 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释并定容。-18 ℃保存，有效期 3 个月。”	专家组	采纳	
11	5.9	将标准曲线范围做相应调整。	专家组	采纳	

12	6.2	将“感量为”修改为“精度”	专家组	采纳	
13	6.5	将“rpm/min”修改为“r/min”	专家组	采纳	
14	7	整段修改为“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。”	专家组	采纳	
15	8	开头增加“平行做2份试验”，将“过0.22 μm 滤膜后供液相色谱-串联质谱仪测定。”修改为“过0.22 μm 滤膜（5.9），滤液待测”	专家组	采纳	
16	9.1	增加“液相色谱参考条件如下：”，将“A”和“B”分别修改为“A相”和“B相”；	专家组	采纳	
17	9.2	增加“质谱参考条件如下：”，删除“h）鞘气、辅助气、碰撞气均为高纯氮气或其他合适气体；i）喷雾电压、碰撞能等参数应优化至最优灵敏度；”	专家组	采纳	
18	9.3	删除了表3中所有%，右上角增加“单位为百分号”内容	专家组	采纳	
19	10	将“X”修改为“w”	专家组	采纳	

20	附录 A	将“牛磺酸标准溶液（1 000ng/mL）特征离子质量色谱图”替换为“牛磺酸标准溶液（100 ng/mL）特征离子质量色谱图”	专家组	采纳	
21	编制说明	进一步补充完善：（1）牛磺酸含量等背景信息；（2）同类型色谱柱适用性考察内容；（3）梯度洗脱条件；（4）提取次数考察；（5）检出限和定量限考察数据；（6）实际样品测定数据；（7）冷藏条件标准储备溶液稳定性考察；（8）进一步核实精密度	专家组	采纳	
22		按按 GB/T 1.1-2020 的要求进一步规范标准文本	专家组	采纳	