

GC-MS3100 检测瘦肉精（盐酸克伦特罗）

刘更涛，刘立锋 北京东西电子，北京

摘要：参考农业部 1025 号公告-16-2008 动物尿液中盐酸克伦特罗残留检测 气相色谱-质谱法，采用 3100 型 GC-MS 检测瘦肉精（盐酸克伦特罗），对配制的瘦肉精标准溶液进行测定。考察仪器灵敏度，所得盐酸克伦特罗定量标准曲线为 $Y=0.000233X+21.794161$ ，相关系数为 0.9991，检出限为 50 $\mu\text{g/L}$ 。

关键词：盐酸克伦特罗，气相色谱-质谱，外标法定量

针对近期市场上发生的双汇肉制品含有瘦肉精事件，为应对市场需求，在 3100 型 GC-MS 进行了瘦肉精（莱克多巴胺）标准品的气相色谱/质谱法检测。

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

仪器：GC-MS 3100 气相色谱质谱联用仪（北京东西分析仪器有限公司）；电子分析天平（感量 $\pm 0.0001\text{g}$ ）；旋涡混合器；恒温水浴锅；氮吹装置；具聚四氟乙烯拧盖的试管。

试剂：甲醇（分析纯）；4%氨化甲醇（用甲醇稀释 4mL 氨水溶液（比重 0.88g/mL）至 100mL）；甲苯（分析纯）；盐酸克伦特罗标准溶液

1.2 分析步骤

1.2.1 衍生化

吸取 0.5mL 标准工作液加入到 4.5mL 4%氨化甲醇溶液中，用氮气吹干后，加入 100 μL 甲苯和 100 μL BSTFA，试管加盖后于旋涡混合器上震荡 30s，在 80 $^{\circ}\text{C}$ 的水浴中加热衍生 1h（盖住盖子），待衍生结束冷却后加入 0.3mL 甲苯转入进样小瓶中，进行气相色谱-质谱分析。

1.2.2 GC/MS 测定参数设定

气相色谱条件：色谱柱：DB-5MS 柱，30m \times 0.25mm(内径)，0.25 μm （膜厚）；进样口：220 $^{\circ}\text{C}$ ；进样方式：不分流；进样体积：1 μL ；色谱柱升温程序：120 $^{\circ}\text{C}$ （保持 2min），以 20 $^{\circ}\text{C/min}$ 升温至 200 $^{\circ}\text{C}$ （保持 5min），以 25 $^{\circ}\text{C/min}$ 升温至 290 $^{\circ}\text{C}$ （保持 10min）；载气：氦气（纯度 $\geq 99.999\%$ ）；流速：0.9mL/min。

质谱条件：离子源：EI 源；温度：200 $^{\circ}\text{C}$ ；接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$ ；EM 电压：1600V；选择

离子检测：m/z 86，212，262，277。定量离子：m/z 86。

1.2.3 标准曲线

储备溶液：精确称取适量的盐酸克伦特罗标准品，用甲醇配成约 100mg/L 的标准储备液，储存于冰箱中。

工作液：将储备液用甲醇稀释成浓度为 0.02 mg/L 、0.05mg/L、0.10mg/L、0.20mg/L、0.50mg/L、1.00mg/L 的盐酸克伦特罗标准溶液，存放在冰箱中备用。

以各浓度的盐酸克伦特罗标准溶液峰面积为横坐标，浓度（μg/L）为纵坐标绘制标准曲线。

2 结果与讨论

2.1方法的选择性

在上述给出的条件下测定结果，盐酸克伦特罗衍生化产物的总离子色谱图、选择离子质谱图和4个选择离子色谱图如下：

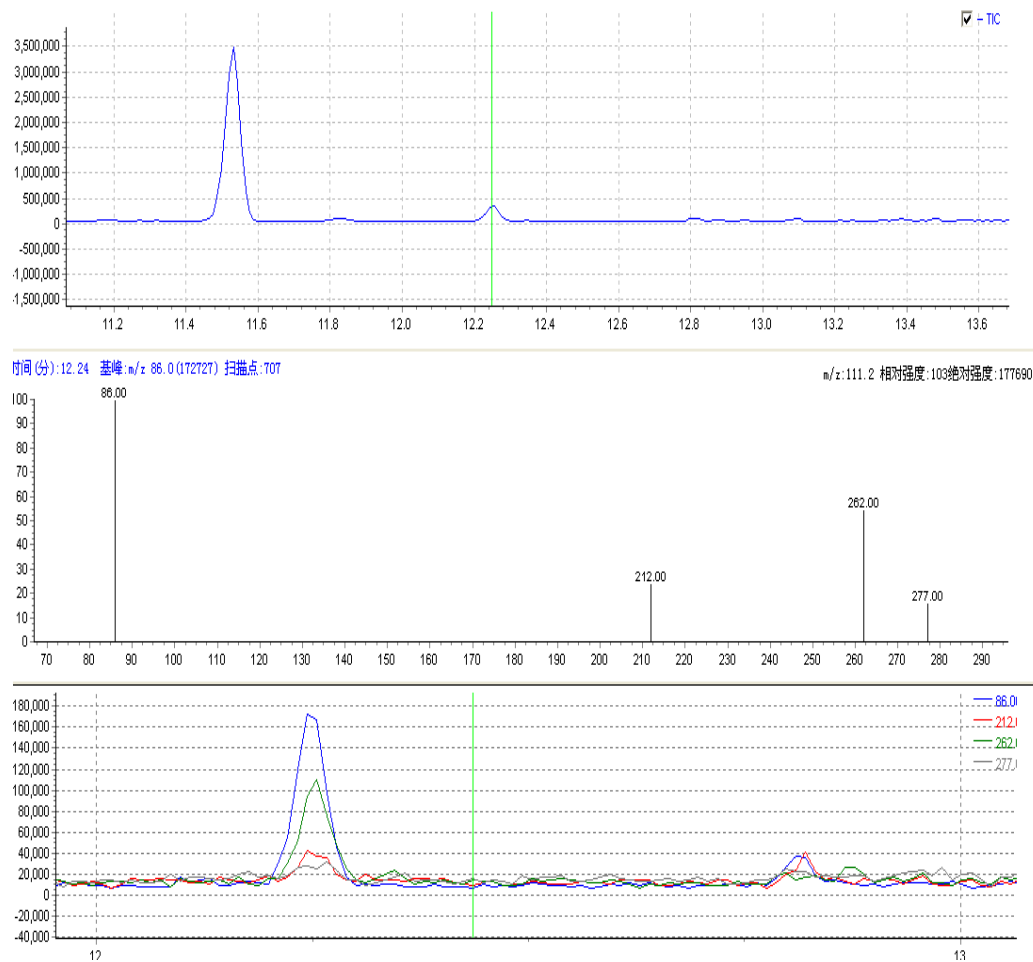


图1 盐酸克伦特罗衍生物的检测结果

（上：总离子色谱图（TIC）；中：4个选择离子质谱图（SIM）；下：4个选择离子色谱图）

2.2 标准曲线

以各浓度的盐酸克伦特罗标准溶液峰面积为横坐标，浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）为纵坐标绘制标准曲线，线性方程为 $Y=0.000233X+21.794161$ ，相关系数为0.9991，线性关系良好。

2.3 检出限

进样量为1 μL ，分析浓度为0.05mg/L的标准溶液，信噪比 $S/N=6$ 。

由于色谱柱流失、离子源和分析器污染，造成背景噪声太高。仪器灵敏度降低，影响检测结果。

3 结论

国产的GC-MS 3100气质联用仪对瘦肉精中的莱克多巴胺进行检测，采用SIM扫描方法所得标准曲线线性良好，检测限为0.05 mg/L，分析了造成仪器灵敏度低的原因。

国标规定的检出限是0.5 $\mu\text{g/kg}$ ，如果仪器灵敏度低，需要在样品前处理时，除了样品的提取和净化同时，进行样品浓缩。

参考文献：

农业部 1025 号公告-16-2008 动物尿液中盐酸克伦特罗残留检测 气相色谱-质谱法