

猪肉中卡拉胶的LC-MS/MS检测

Determination of Carrageenan in Pork by LC-MS/MS

张小刚¹, 陆佩瑶², 倪峥飞², 杨总¹, 刘冰洁¹, 郭立海¹

Zhang Xiaogang¹, Lu Peiyao², Ni Zhengfei², Yang Zong¹, Liu Bingjie¹, Guo Lihai¹

¹ SCIEX (中国); ² 无锡市食品安全检验检测中心

¹ SCIEX China; ² Wuxi Food Safety Inspection and Test Center

Keywords: LC-MS/MS, Carrageenan, Pork

引言

猪肉是世界上最主要的肉类来源之一，在人们日常饮食中不可或缺，关系到众多民生问题。然而，很多不法商家为了谋取暴利，往往在猪肉中添加卡拉胶、血水及一些化学药品等，严重危及人民的生命财产安全。卡拉胶作为一种增稠凝胶剂，被允许添加在布丁、糕点等食品中；但是，不法商家将其添加至猪肉中，来增加猪肉的重量，这是一种严重的欺诈行为；此外，添加了卡拉胶的猪肉有可能出现外观十分光鲜，而内部却已经变质的情况，危及人民群众的生命安全。基于此，本文参考农业农村部在2021年发布的农业行业标准NY/T 3876-2021《猪肉中卡拉胶的检测液相色谱-串联质谱法》建立了猪肉中卡拉胶的LC-MS/MS检测方法，为猪肉中卡拉胶的检测提供简单快速的解决方案。

该方法的优势和特点：

1. 灵敏度高：灵敏度达到皮克级别以下，完全满足标准要求（NY/T 3876-2021中的检出限为0.3 μg/mL）
2. 方法学经过验证：在5-1000 ng/mL浓度范围内线具有较好的线性，回归系数达到0.9995以上，回收率在86.2%-107.7%之间，相对标准偏差小于5%

1. 实验方法

1.1 前处理条件

参考NY/T 3876-2021《猪肉中卡拉胶的检测液相色谱-串联质谱法》

1.2 液相色谱条件

色谱柱：Amide (100 mm × 2.1 mm, 1.7 μm)

流动相：A: 1mM 乙酸铵水溶液；B: 乙腈

流速：0.3 mL/min

柱温：40°C

梯度洗脱条件：见表1

表1. 液相梯度洗脱

时间(min)	水相 %	有机相 %
0	5	95
0.5	5	95
2	60	40
4	60	40
4.1	5	95
6	5	95

1.3 质谱条件

扫描模式：ESI源，负离子模式；化合物参数见表2

离子源参数：

气帘气CUR (psi) : 25 温度TEM (°C) : 500

碰撞气CAD (psi) : 9 雾化气GS1 (psi) : 60

喷雾电压IS (V) : -2500 辅助雾化气GS2 (psi) : 40

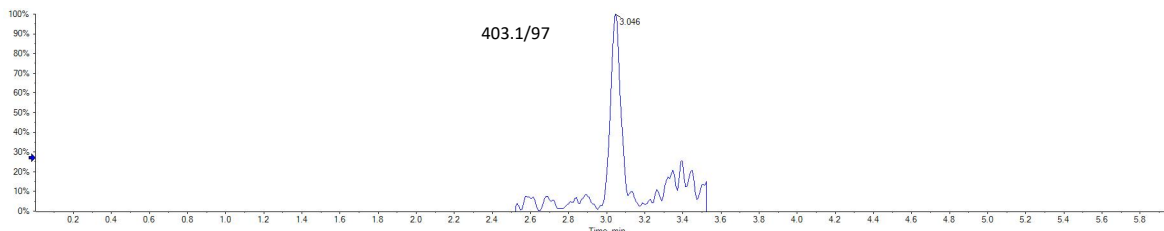


图1. 卡拉胶水解特征性寡糖典型的提取离子流图

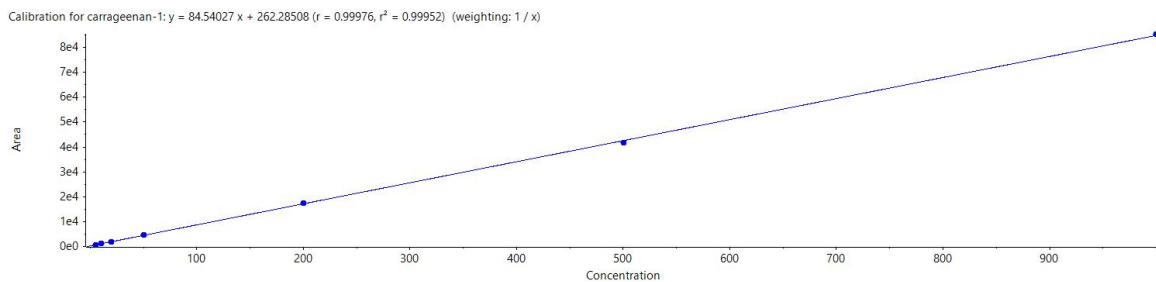


图2. 基质匹配标准曲线

表2. 离子对参数

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (V)	碰撞能 (eV)
特征性寡糖 1	403.1	97	-170	-80
特征性寡糖 2	403.1	241	-170	-42

2. 实验结果

2.1 色谱质谱条件优化

卡拉胶在浓酸条件下会水解成特征性寡糖，通过优化色谱柱、添加盐等流动相条件，确定1mM 乙酸铵水溶液和乙腈作为本实验的流动相时具有较好的灵敏度；并对源参数用流动注射分析（FIA）优化，得到合适的源参数。卡拉胶水解特征性寡糖的提取离子流图见图1。

2.2 线性回归方程

该方法采用空白基质匹配曲线，在5-1000 ng/mL浓度范围内线性良好，回归系数达到0.9995以上，见图2。

2.3 回收率与精密度

在空白基质里添加一定浓度（20、50、500 ng/mL）的标样，考察提取回收率及精密度。实验结果显示，总体回收率在86.2%-107.7%之间，相对标准偏差小于5%，可以满足日常检测需求。

3 小结

本文参考农业部标准建立了SCIEX液质检测猪肉中卡拉胶含量的方法。本方法灵敏度高、稳定性好、回收率满足检验需求，为卡拉胶的日常检测提供参考。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-32994-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：SCIEX-China