



中华人民共和国国家标准

GB/T 22147—2008

饲料中沙丁胺醇、莱克多巴胺和盐酸克仑特罗的测定 液相色谱质谱联用法

Determination of salbutamol, ractopamine and clenbuterol in feeds—
Liquid chromatography-mass spectrometry

2008-06-27 发布

2008-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：中国农业大学、农业部饲料效价与安全监督检验测试中心(北京)。

本标准主要起草人：张丽英、常碧影、贺平丽、董涛、杨文军、王宗义。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	98	2
5	70	30
15	50	50

每次进样间隔用流动相 A+B=98+2,平衡 10 min。

流速:0.20 mL/min。

进样体积:20 μ L。

7.2.2 质谱条件

采用电喷雾正离子(ESI+)模式做选择离子检测,选择离子为:

沙丁胺醇:m/z 240,m/z 222,m/z 166;

莱克多巴胺:m/z 302,m/z 284,m/z 164;

盐酸克仑特罗:m/z 277,m/z 259,m/z 203。

源温度:120 $^{\circ}$ C。

取样锥孔电压:25 V。

萃取锥孔电压:5 V。

脱溶剂氮气温度:300 $^{\circ}$ C。

脱溶剂氮气流速:300 L/h。

7.2.3 定性定量方法

7.2.3.1 定性

通过样品总离子流色谱图上沙丁胺醇(m/z 240,m/z 222,m/z 166)、莱克多巴胺(m/z 302,m/z 284,m/z 164)和盐酸克仑特罗(m/z 277,m/z 259,m/z 203)的保留时间和各色谱峰对应的特征离子,与标准品相应的保留时间和各色谱峰对应的特征离子进行对照定性。样品与标准品保留时间的相对偏差不大于 0.5%。每种药物的 3 个特征离子基峰百分数与标准品允许差分别为:当基峰百分数>50%时,允许差 \pm 20%;当基峰百分数 20%~50%时,允许差 \pm 25%;当基峰百分数 10%~20%时,允许差 \pm 30%;当基峰百分数 \leq 10%时,允许差 \pm 50%。

7.2.3.2 定量

采用 M+1 的准分子离子的色谱峰面积做单点校正定量。

8 结果的计算与表述

试样中药物含量(X)以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{A_r}{A_s \times m} \times n \times c_s \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_r ——待测试样测得的特征离子色谱峰面积;

A_s ——标准溶液药物的特征离子色谱峰面积;

m ——试样质量,单位为克(g);

n ——稀释倍数;

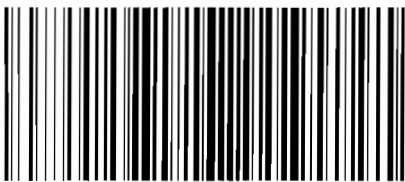
GB/T 22147—2008

c_s ——标准溶液中药物的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留3位有效数字。

9 允许差

同一实验室同一操作人员完成的两个平行测定的相对偏差不大于15%。



GB/T 22147-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-33310

定价: 10.00 元