



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2113—2008

---

## 进出口动物源性食品中镇静剂类药物残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of residues of tranquillizer drugs in animal-origin  
foodstuffs for import and export —LC-MS/MS method

2008-09-04 发布

2009-03-16 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国上海出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：朱坚、邓晓军、郭德华、李波。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

# 进出口动物源性食品中镇静剂类药物残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

## 1 范围

本标准规定了进出口动物源性食品中氯丙嗪和地西洋两种镇静剂类药物残留量检验的制样和液相色谱-质谱/质谱定量测定和定性的确证方法。

本标准适用于肉类、肾脏中氯丙嗪和地西洋药物残留量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

## 3 试样的制备与保存

3.1 肉样:从所取全部样品中取出有代表性样品约 500 g,用粉碎机粉碎,混合均匀,均分成两份,分别装入洁净容器作为试样,密封并标明标记,将试样存放于-18℃冰箱中保存。

3.2 肾脏:从所取全部样品中取出有代表性样品约 100 g,去掉髓质,用粉碎机粉碎,混合均匀,均分成两份,分别装入洁净容器作为试样,密封并标明标记,将试样存放于-18℃冰箱中保存。

3.3 在制样的操作过程中,应尽可能避光并防止样品污染或发生残留物含量的变化。

## 4 方法提要

样品中加入D<sub>6</sub>-氯丙嗪作内标,用乙腈提取,提取液经20%氯化钠溶液稀释后,用硫酸水溶液调节pH至4.8~5.0,OASIS HLB固相萃取小柱净化,经浓缩后,用高效液相色谱/串联质谱测定,内标法定量。

## 5 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为GB/T 6682规定的一级水。

- 5.1 乙腈:高效液相色谱级。
- 5.2 甲醇:高效液相色谱级。
- 5.3 甲酸:高效液相色谱级。
- 5.4 乙酸铵。
- 5.5 氯化钠。
- 5.6 硫酸水溶液:0.05 mol/L和0.01 mol/L。
- 5.7 酸性乙腈:在100 mL乙腈中加入5 mL 0.05 mol/L硫酸水溶液。
- 5.8 20%氯化钠水溶液:在100 mL水中加入20 g氯化钠。
- 5.9 流动相A:取1 000 mL乙腈,加入1.0 mL甲酸,超声混匀。
- 5.10 流动相B:称取0.154 g乙酸铵,加入1.0 mL甲酸,用水溶解并定容至1 000 mL,超声混匀。
- 5.11 SPE小柱:OASIS HLB,500 mg,6 mL,或相当者。

5.12 标准物质:氯丙嗪、D<sub>6</sub>-氯丙嗪和地西洋标准品:纯度≥90%。

5.12.1 标准储备溶液:分别称取氯丙嗪、D<sub>6</sub>-氯丙嗪和地西洋标准品约 0.010 0 g 标准品,用甲醇溶解,移入 100 mL 棕色容量瓶并用甲醇定容,溶液浓度约为 100 μg/mL。在-18℃下避光保存。

5.12.2 内标储备溶液:称取 D<sub>6</sub>-氯丙嗪内标约 0.010 0 g 标准品,用甲醇溶解,移入 100 mL 棕色容量瓶并用甲醇定容,溶液浓度约为 100 μg/mL。在-18℃下避光保存。

5.12.3 中间标准溶液:各移取 1.00 mL 标准储备溶液于 100 mL 棕色容量瓶并用甲醇定容,溶液浓度约为 1 μg/mL。在-18℃下避光保存。

5.12.4 内标中间溶液:移取 1.00 mL 内标储备溶液于 100 mL 棕色容量瓶并用甲醇定容,溶液浓度约为 1 μg/mL。在-18℃下避光保存。

5.12.5 标准工作液:临用前根据需要,移取适量的中间标准溶液和内标储备溶液,用水稀释至适当浓度,作为混合标准工作液,在 1℃~4℃避光保存,可使用 1 周。

## 6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱-质谱/质谱仪:配有电喷雾离子源(ESI)。

6.2 均质器。

6.3 离心机。

6.4 氮吹仪。

6.5 涡旋混合器。

6.6 超声波发生器。

6.7 pH 计。

6.8 固相萃取装置。

6.9 离心管:具螺旋盖聚丙烯离心管,50 mL。

## 7 测定步骤

### 7.1 提取

称取 5 g 均匀试样(精确到 0.01 g)置于 50 mL 具螺旋盖聚丙烯离心管中,加入 0.1 mL 的 0.05 μg/mL D<sub>6</sub>-氯丙嗪内标溶液,再加入 20 mL 乙腈,在均质器中均质 2 min,再在超声波发生器中超声 2 min。于 4 000 r/min 离心 8 min,将上层乙腈提取液过滤于 25 mL 棕色容量瓶中,加乙腈定容。精确移取 5 mL 乙腈提取液,加入 20 mL 20%氯化钠水溶液,混匀。用 0.01 mol/L 硫酸调节 pH 为 4.8~5.0,待净化。

### 7.2 净化

将 OASIS HLB 净化柱安装到固相萃取装置上,用 5 mL 甲醇和 5 mL 水活化,装上 30 mL 储液斗,将上述提取液转移至 OASIS HLB 净化柱中,控制流速约为 1 mL/min,待提取液全部通过后,保持较强压力抽气 2 min。用 15 mL 酸性乙腈洗脱,收集洗脱液。将洗脱液在 40℃的水浴中用氮气吹至 0.5 mL,加入 0.5 mL 水,涡旋 10 s,过 0.45 μm 滤膜,供 LC-MS/MS 测定。此样液应在 48 h 内测定完毕。

### 7.3 测定

#### 7.3.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱:Supelco Discovery-C<sub>18</sub>,柱长 150,内径 2.1 mm,粒度 5 μm,或相当者;
- b) 流动相:A:乙腈+0.1%甲酸,B:水+2 mmol/L 乙酸铵+0.1%甲酸;
- c) 流速:200 μL/min;
- d) 流动相梯度洗脱程序:见表 1;
- e) 进样量:20 μL。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	50	50
5~9	90	10
10~15	50	50

### 7.3.2 质谱条件

- 离子源:电喷雾离子源(ESI);
- 扫描方式:正离子扫描;
- 检测方式:多反应监测(MRM);
- 其他参考质谱条件参见附录 A。

### 7.3.3 高效液相色谱-质谱/质谱测定

根据试样中被测物的含量情况,选取响应值相近的标准工作液一起进行色谱分析。标准工作液和待测液中被测物的响应值均应在仪器线性响应范围内。对标准工作液和样液等体积参插进样进行测定。在上述色谱条件下地西洋和氯丙嗪的保留时间约为 5.6 min 和 3.5 min,标准溶液的多反应监测 MRM 色谱图参见附录 B 图 B.1~图 B.3。

### 7.3.4 定性测定

按照液相色谱-质谱/质谱条件测定样品和标准工作溶液,如果检测的质量色谱峰保留时间与标准品一致,定性离子对的相对丰度,是用相对于最强离子丰度的强度百分比表示,应当与浓度相当标准工作溶液的相对丰度一致,相对丰度允许偏差不超过表 2 规定的范围,则可判断样品中存在对应的被测物。

表 2 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

## 7.4 空白试验

除不加试样外,均按上述操作步骤进行。

## 8 定量结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中镇静剂的含量。计算结果需扣除空白值。

$$X = \frac{c \times c_i \times A \times A_{si} \times V}{c_{si} \times A_i \times A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X——样品中目标化合物残留量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );
- c——标准工作溶液中待测组分的浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );
- $c_i$ ——样液中内标物的浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );
- A——样液中待测组分的峰面积;
- $A_{si}$ ——标准工作溶液中内标物的峰面积;
- V——样品溶液最终定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $c_{si}$ ——标准工作溶液中内标物的浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );
- $A_i$ ——样液中内标物的峰面积;
- $A_s$ ——标准工作溶液中药物的峰面积;
- m——最终样液代表的试样质量,单位为克(g)。

## 9 测定低限、回收率

## 9.1 测定低限(LOQ)

肉和肾中氯丙嗪和地西洋的测定低限均为 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## 9.2 回收率

## 9.2.1 肾中回收率的实验数据见表 3。

表 3 肾中回收率的实验数据

药 物	添加浓度/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	回收率范围/%
地西洋	1.0	71.4~84.9
	2.0	74.3~92.8
	5.0	90.6~97.3
氯丙嗪	1.0	95.8~102.2
	2.0	84.2~110.5
	5.0	96.9~105.2

## 9.2.2 肉中回收率的实验数据见表 4。

表 4 肉中回收率的实验数据

药 物	添加浓度/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	回收率范围/%
地西洋	1.0	72.7~89.9
	2.0	71.2~93.2
	5.0	77.9~92.8
氯丙嗪	1.0	84.7~104.4
	2.0	91.4~103.6
	5.0	94.7~100.1

**附录 A**  
(资料性附录)  
参考质谱参数<sup>1)</sup>

参考质谱参数:

- a) 电喷雾电压(IS):5 500 V;
- b) 雾化气压力(GS1):344.75 kPa(50 Psi);
- c) 气帘气压力(CUR):137.9 kPa(20 Psi);
- d) 辅助气流速(GS2):241.325 kPa(35 Psi);
- e) 离子源温度(TEM):300 °C;
- f) 碰撞电压(CE)、去簇电压(DP)、碰撞室入口电压(EP)和碰撞室出口电压(CXP)见表 A.1 所示。

**表 A.1 镇静剂的定性离子对、定量离子对、去簇电压、碰撞气能量及碰撞室出口电压参数表**

镇静剂	母离子(Q1) m/z	子离子(Q3) m/z	碰撞电压 CE/V	去簇电压 DP/V	碰撞室入口电压 EP/V	碰撞室出口电压 CXP/V
地西洋	285.2	154.1 <sup>a</sup>	37	108	8	8
		222.1	33	95	8	14
氯丙嗪	319.2	86.0 <sup>a</sup>	31	78	3	16
		246.0	33	69	13	16
D <sub>6</sub> -氯丙嗪	326.2	92.2	25	72	3	18
<sup>a</sup> 定量离子对。						

1) 非商业性声明:附录 A 所列参数是在 API4000 质谱仪完成的,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。

附录 B  
 (资料性附录)  
 标准品 HPLC-MS/MS 色谱图

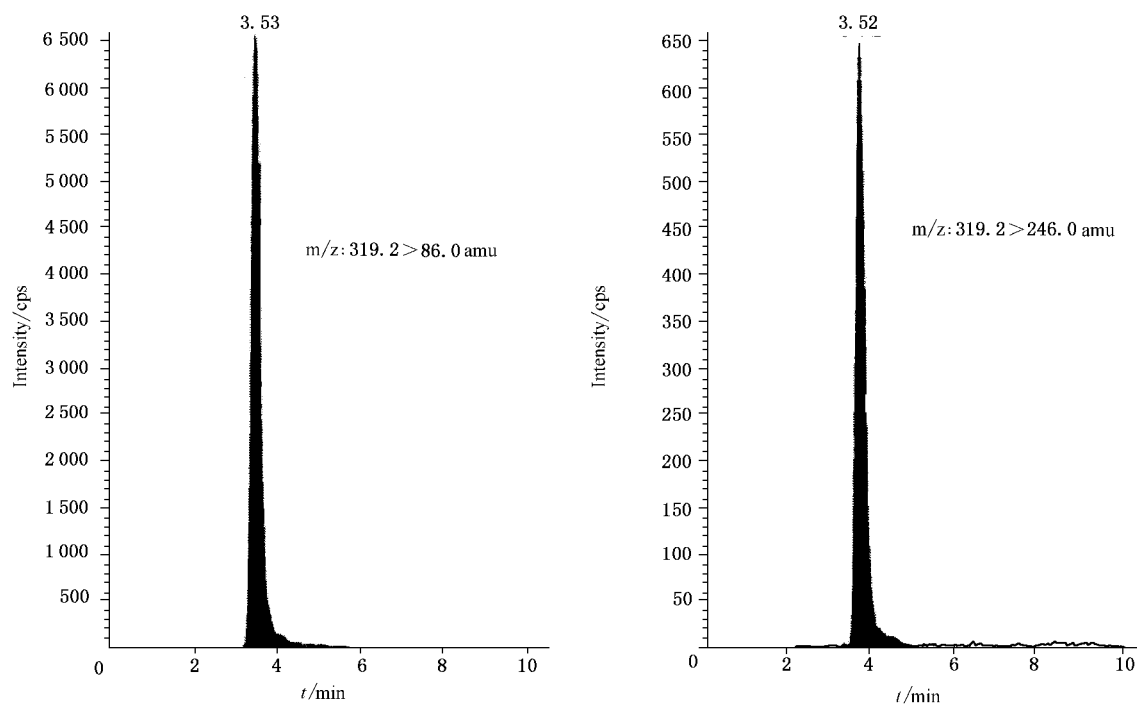


图 B.1 氯丙嗪标准品(1 ng/mL)的多反应监测(MRM)色谱图

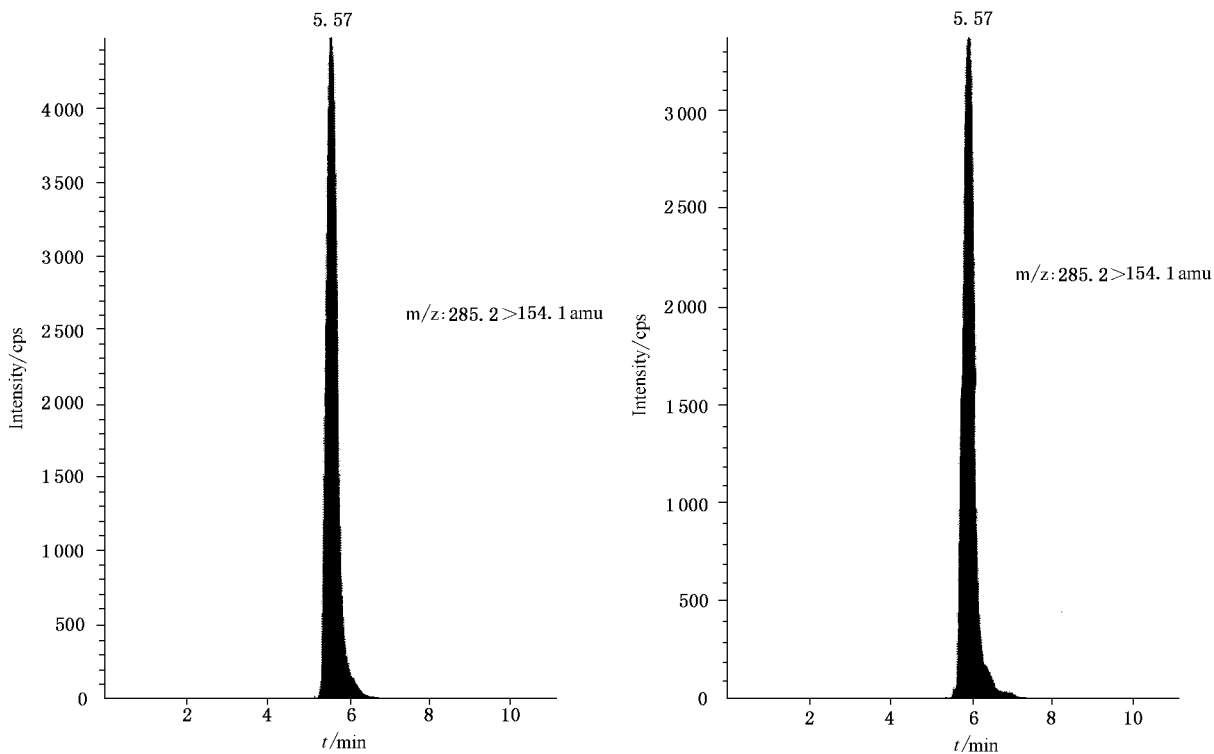


图 B.2 地西洋标准品(1 ng/mL)的多反应监测(MRM)色谱图



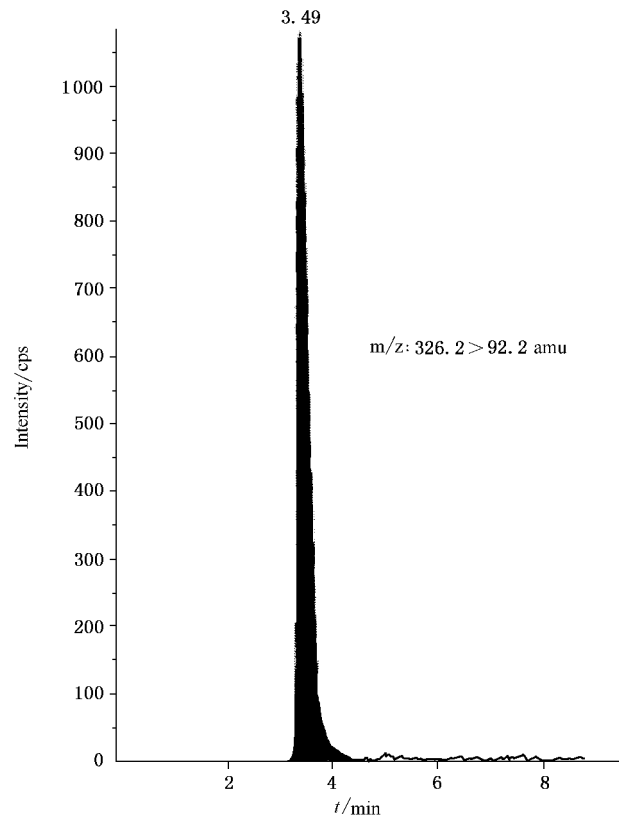


图 B.3 D<sub>6</sub>-氯丙嗪标准品(1 ng/mL)的多反应监测(MRM)色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
进出口动物源性食品中镇静剂类药物残  
留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法  
SN/T 2113—2008

\*

中国标准出版社出版  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

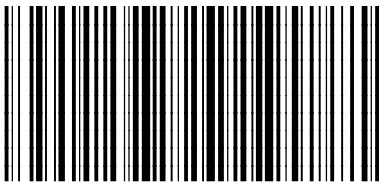
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
电话:68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 34 千字  
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷  
印数 1—2 000

\*

书号: 155066·2-19236 定价 13.00 元



SN/T 2113-2008