

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1030—2006

饲料中沙丁胺醇的测定 气相色谱 / 质谱法

Determination of salbutamol in feeds
—Gas chromatography/mass spectrometry method

2006-01-26 发布

2006-04-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部兽医局提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家饲料质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人：范理、王彤、郑君杰、田静、高生、苏晓鸥。

饲料中沙丁胺醇的测定 气相色谱/质谱法

1 范围

本标准规定了用气相色谱/质谱法(GC/MS)测定饲料中沙丁胺醇的含量。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料及添加剂预混合饲料中沙丁胺醇的测定,最低检测浓度为 0.02 mg/kg。

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 14699.1 饲料 采样

3 原理

用乙酸钠缓冲溶液提取饲料中的沙丁胺醇,提取液过固相提取柱(SPE)净化,吹干,经衍生后,直接在 GC/MS 仪上测定。

4 试剂和材料

以下试剂除特别注明者外均为分析纯,水应符合 GB/T 6682 一级水要求,甲醇、甲苯、乙酸乙酯为色谱纯。

4.1 氨水。

4.2 冰乙酸。

4.3 三水合乙酸钠。

4.4 衍生剂:N,O-双三甲基硅基三氟乙酰胺(BSTFA)。

4.5 甲苯。

4.6 提取溶液:称取 31.63 g 三水合乙酸钠(4.3)溶于水,加入冰乙酸(4.2)约 12.0 mL 调 pH 约 4.5,用水稀释至 1 L 的乙酸钠缓冲溶液。

4.7 固相提取小柱(SPE)所用试剂。

4.7.1 Oasis MCX 固相提取小柱^① 3 cc/60 mg(SPE)。

4.7.2 淋洗液 1:乙酸溶液 $C(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1 \text{ mol/L}$:取 5.72 mL 冰乙酸(4.2)于 100 mL 容量瓶,用水定容至刻度,摇匀。

4.7.3 淋洗液 2:甲醇。

4.7.4 洗脱液:取 3.5 mL 氨水(4.1)于 100 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

^① Oasis[®]MCX 固相萃取小柱是由 Waters 提供的产品的商品名称,给出这一信息是为了给本行业标准的使用者提供方便,而不是标准主管部门对这一产品的认可。

4.7.5 氮气。

4.8 氮气(99.999%)

4.9 沙丁胺醇标准溶液

4.9.1 沙丁胺醇标准贮备液:称取 20.00 mg(精确 0.000 01 g)沙丁胺醇标准品(纯度>99.5%),溶于甲醇并定容至 100 mL,该贮备液每毫升含沙丁胺醇为 200 μg 。

4.9.2 沙丁胺醇标准工作液:移取 10 mL 沙丁胺醇贮备液(4.9.1)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,该溶液每毫升含沙丁胺醇为 20 μg 。

4.9.3 沙丁胺醇标准系列:取适量标准工作液(4.9.2)于 50 mL 容量瓶中,分别用甲醇稀释至刻度,配制成 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$,0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$,0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$,0.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$,1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$,5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$,10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准系列。

5 仪器和设备

实验室常用仪器、设备及

5.1 分析天平:感量 0.000 1 g 和感量 0.000 01 g。

5.2 氮气吹干仪。

5.3 振荡机:水平或往复转动,频率每分钟 250 次~300 次。

5.4 涡旋混合器。

5.5 固相提取样品净化处理装置。

5.6 气相色谱/质谱联用仪。

具有非极性毛细管柱和电子轰击源(EI)的检测器。

6 试样的制备

按 GB/T 14699.1 采取实验室样品(用四分法缩减分取 200 g)粉碎使之全部通过 0.45 mm 孔径筛,充分混匀,装入磨口瓶中备用。

7 分析步骤

7.1 提取

称取试样(配合饲料 3 g~5 g,浓缩饲料、添加剂预混合饲料约 1 g)精确至 0.000 1 g,置于 150 mL 具塞三角瓶中,准确加入提取溶液 25 mL(4.6),振摇使全部润湿,盖紧塞子,放在振荡机(5.3)上,振荡 20 min,取下,溶液通过定性滤纸过滤,收集滤液备用。

7.2 净化

精确吸取 5 mL 试样溶液(7.1)置于固相萃取小柱上(4.7.1),打开真空泵,使其过柱速度不超过 2 mL/min,再分别取 2 mL 乙酸(4.7.2)和 2 mL 甲醇(4.7.3)淋洗固相萃取小柱,丢弃所有的流出液,最后取 5 mL 洗脱液(4.7.4)洗脱,用具塞试管收集,将洗脱液置于氮气吹干仪(5.2)70℃的条件下,用氮气吹干。

7.3 衍生

具塞试管加入 100 μL 衍生剂(4.4),涡旋混合器(5.4)上充分溶解,置(70 \pm 5)℃烘箱中,衍生反应 30 min。用氮气吹干,加入 200 μL 甲苯(4.5)溶解,气质联用仪上分析。同时用沙丁胺醇标准系列做同步衍生。

7.4 测定步骤

7.4.1 色谱条件

色谱柱:DB-5MS,长 30 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μm 。

载气:氦气(纯度 99.999%);柱头压:100 kPa。

进样口温度:260 $^{\circ}\text{C}$ 。

进样量:1.0 μL ,不分流方式。

柱温程序:70 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min,以 25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速度升至 200 $^{\circ}\text{C}$,于 200 $^{\circ}\text{C}$ 保持 6 min,再以 25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升至 280 $^{\circ}\text{C}$ 并保持 2 min。

EI 源电子轰击能:70 eV。

检测器温度:200 $^{\circ}\text{C}$ 。

接口温度:250 $^{\circ}\text{C}$ 。

质量扫描范围:70 AMU~400 AMU。

溶剂延迟:12 min。

检测用沙丁胺醇三甲硅烷衍生物的特征质谱峰:质核比 $m/Z=86,294,350,369$ 。

7.4.2 定性定量方法

7.4.2.1 定性方法

样品与保留时间的相对偏差不大于 0.5%。特征离子基峰百分数与标准品相差不大于 20%。

7.4.2.2 定量方法

选择离子监测法(SIM)计算峰面积,标准工作液和试样溶液中沙丁胺醇响应值均应在仪器线性范围内,如果浓度过高,需适当稀释。对标准工作溶液和样品液等体积参插进样测定。外标法定量。

8 结果的计算

饲料中沙丁胺醇的含量 X ,以质量分数($\mu\text{g}/\text{g}$)表示,用公式(1)计算

$$X = \frac{A_s}{A_{st}} \times C \times \frac{V_0}{m} \times \frac{V_1}{V_2} \times n \quad (1)$$

式中:

A_s ——试样溶液峰面积响应值;

A_{st} ——标准溶液峰面积响应值;

C ——标准溶液浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——提取溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

V_1 ——定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——从试样溶液(7.2)中分取体积,单位为毫升(mL)。

n ——稀释倍数。

计算结果保留三位有效数字。

9 允许差

两个平行测定结果的相对偏差不大于 20%。

