



中华人民共和国国家标准

GB/T 19542—2025

代替 GB/T 19542—2007, GB/T 8381.10—2005

饲料中磺胺类药物的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of sulfonamides in feeds—
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry

2025-08-01 发布

2026-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 19542—2007《饲料中磺胺类药物的测定 高效液相色谱法》和 GB/T 8381.10—2005《饲料中磺胺喹噁啉的测定 高效液相色谱法》。本文件以 GB/T 19542—2007 为主，整合了 GB/T 8381.10—2005 的内容。本文件与 GB/T 19542—2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围和定量限、增加了磺胺类药物的种类(见第 1 章,2007 年版的第 1 章)；
- b) 更改了原理(见第 4 章,2007 年版的第 3 章)；
- c) 更改了试验步骤(见第 8 章,2007 年版的第 7 章)；
- d) 更改了试验数据处理(见第 9 章,2007 年版的第 8 章)；
- e) 更改了精密度的要求(见第 10 章,2007 年版的第 9 章)。

请注意本文件某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本文件起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、河南中标检测服务有限公司、山东晟华检测技术有限公司、广州汇标检测技术中心。

本文件主要起草人：索德成、樊霞、赵月钧、肖志明、郝燕娟、安志新、贾松涛、唐建、张晓、王智民、李梦雨、张冰、陶燕、管琳、王石。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 8381.10,2005 年首次发布；

——GB/T 19542,2004 年首次发布,2007 年第一次修订,本次为第二次修订,并入 GB/T 8381.10—2005 的内容。

饲料中磺胺类药物的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件描述了饲料中 29 种磺胺类药物液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料、混合型饲料添加剂和饲料原料中磺胺米隆、磺胺胍、磺胺、磺胺醋酰、磺胺二甲异嘧啶、磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、二甲氧苄氨嘧啶、磺胺甲嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶、磺胺二甲唑、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺二甲基嘧啶、二甲氧甲基苄氨嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺甲噻唑、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺二甲异噻唑、磺胺苯酰、磺胺苯吡唑、磺胺氯吡嗪、磺胺吡唑、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺硝苯的测定。

本文件中方法检出限为 0.03 mg/kg, 定量限为 0.1 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中, 注日期的引用文件, 仅该日期对应的版本适用于本文件; 不注日期的引用文件, 其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中待测物经甲酸乙腈溶液提取后, 经多重杂质吸附材料净化, 液相色谱-串联质谱仪检测, 基质添加标准曲线校准, 外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定, 仅使用分析纯试剂。

5.1 水: GB/T 6682, 一级。

5.2 甲醇: 色谱纯。

5.3 甲酸: 色谱纯。

5.4 0.1%甲酸溶液: 取甲酸(5.3)0.1 mL, 加入 100 mL 水中, 混匀。

5.5 提取溶液: 取甲酸 10 mL, 加入乙腈 990 mL, 混匀。

5.6 稀释溶液: 取甲酸 0.1 mL 和甲醇 10 mL, 加入 90 mL 水, 混匀。

- 5.7 标准储备溶液:精密称取 29 种磺胺类标准品(纯度不低于 97%,相关信息见附录 A)10 mg(精确至 0.01 mg)分别置于 10 mL 棕色容量瓶中,用甲醇配成质量浓度约为 1 mg/mL 的标准储备溶液, -18 °C 以下保存,有效期 6 个月。或购买标准溶液。
- 5.8 混合标准中间溶液:准确移取适量标准储备溶液(5.7)分别至棕色容量瓶中,用甲醇配成浓度约为 100 μg/mL 的中间溶液,2 °C~8 °C 保存,有效期 1 个月。
- 5.9 标准系列工作溶液:分别吸取混合标准中间液(5.8),用稀释溶液(5.6)稀释成质量浓度为 200 ng/mL、400 ng/mL、800 ng/mL、2 000 ng/mL、4 000 ng/mL、8 000 ng/mL 的标准系列工作液。临用现配。
- 5.10 滤膜:0.22 μm,有机系。
- 5.11 强阴离子交换(SAX)填料:粒径 40 μm,或性能相当者。
- 5.12 十八烷基硅烷键合硅胶(C₁₈)填料:粒径 50 μm,或性能相当者。
- 5.13 弗洛里硅土:粒径 50 μm,或性能相当者。
- 5.14 多重杂质吸附材料:称取 10 g SAX 填料(5.11)、15 g C₁₈ 填料(5.12)、15 g 弗洛里硅土(5.13)于 100 mL 试剂瓶中,混匀,备用。

6 仪器和设备

- 6.1 液相色谱-串联质谱仪:配有电喷雾电离源(ESI⁺)。
- 6.2 天平:精度为 0.01 g 和 0.01 mg。
- 6.3 离心机:转速不低于 8 000 r/min。
- 6.4 涡旋振荡器。
- 6.5 超声波清洗器。
- 6.6 氮吹仪。

7 样品

按 GB/T 20195 制备样品,至少 200 g,粉碎使其全部通过 0.425 mm 孔径的试验筛,充分混匀,装入密闭容器中,备用。选取类型相同,均匀一致、且在待测物保留时间处,仪器响应值小于方法定量限 30%的饲料样品,作为空白样品。

8 试验步骤

8.1 提取

称取配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、饲料原料试样 5 g,添加剂预混合饲料、混合型饲料添加剂试样 2 g(精确至 0.01 g),置于 50 mL 离心管中,准确加入 20 mL 提取溶液(5.5),涡旋混合 30 s,超声提取 30 min,其间每 10 min 振摇一次,8 000 r/min 离心 5 min,取上清液,备用。

8.2 净化

准确移取 5 mL 备用液(8.1)于 10 mL 离心管中,加入 100 mg 多重杂质吸附材料,涡旋混合 30 s,于 10 000 r/min 离心 2 min。将上清液转移至 10 mL 离心管中,40 °C 氮气吹干,加入 1.0 mL 稀释溶液(5.6),涡旋混合 30 s,过 0.22 μm 滤膜,上机测定。

8.3 基质标准系列溶液的制备

分别称取 7 份空白样品(配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、饲料原料 5 g,添加剂预混合饲料、混合

型饲料添加剂 2 g)于 50 mL 离心管中,分别添加 0.1 mL 混合标准系列工作溶液,配制不同上机浓度(5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL)的基质添加标准曲线。按 8.1 和 8.2 处理,供液相色谱-串联质谱仪测定。

8.4 测定

8.4.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下。

- a) 色谱柱:C₁₈,柱长 100 mm,内径 3.0 mm,粒径 1.7 μm,或性能相当者。
- b) 柱温:30 ℃。
- c) 进样量:10 μL。
- d) 流动相及流速流动相:A 相为 0.1%甲酸溶液(5.4),B 相为 0.1%甲酸甲醇溶液(5.6),梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相梯度条件

时间 min	流速 mL/min	A 相(体积分数) %	B 相(体积分数) %
0	0.3	90	10
1	0.3	90	10
3.5	0.3	75	25
6.5	0.3	70	30
8	0.3	20	80
9	0.3	10	90
9.1	0.3	90	10
10	0.3	90	10

8.4.2 质谱参考条件

质谱参考条件如下。

- a) 电离方式:电喷雾离子源。
- b) 扫描方式:正离子模式。
- c) 检测方式:多反应监测。
- d) 喷雾电压:5 000 V。
- e) 雾化温度:320 ℃。
- f) 脱溶剂气、锥孔气、碰撞气均为高纯氮气及其他合适气体,使用前应调节各气体流量以使质谱灵敏度达到检测要求。
- g) 毛细管电压、解离电压、碰撞能量等电压值应优化至最佳灵敏度。定性离子对、定量离子对及对应的解离电压和碰撞能量见表 2。

表 2 定性离子对、定量离子对及对应的解离电压和碰撞能量的参考值

序号	待测物名称	参考出峰时间 min	离子对 m/z	解离电压 V	碰撞能 eV
1	磺胺米隆	1.42	187.0>76.6	13	16
			187.0>105.8 ^a		12
2	磺胺胍	1.82	215.0>92.0	12	24
			215.0>108.0 ^a		14
3	磺胺	2.08	173.0>92.0	22	24
			173.0>156.0 ^a		14
4	磺胺醋酰	2.85	215.0>92.0	12	24
			215.0>108.0 ^a		14
5	磺胺二甲异嘧啶	3.05	279.0>124.0	12	20
			279.0>186.0 ^a		14
6	磺胺嘧啶	3.09	251.0>92.0	12	24
			251.0>155.9 ^a		14
7	磺胺噻唑	3.25	256.0>92.0	12	24
			256.0>155.9 ^a		14
8	磺胺吡啶	3.52	250.0>92.0	12	24
			250.0>156.0 ^a		14
9	二甲氧苄氨嘧啶	3.62	261.1>123.1 ^a	20	35
			261.1>245.2		22
10	磺胺甲嘧啶	3.79	265.1>92.0	36	26
			265.1>156.0 ^a		14
11	三甲氧苄氨嘧啶	3.91	291.1>261.2 ^a	9	15
			291.1>230.2		12
12	磺胺二甲唑	4.37	268.0>92.0	12	24
			268.0>155.9 ^a		12
13	磺胺对甲氧嘧啶	4.44	281.0>92.0	12	28
			281.0>155.9 ^a		16
14	磺胺甲噻二唑	4.63	271.1>92.0	12	24
			271.1>155.9 ^a		12
15	磺胺二甲基嘧啶	4.81	279.0>92.0	12	28
			279.0>186.0 ^a		16
16	二甲氧甲基苄氨嘧啶	5.10	275.1>123.2 ^a	19	35
			275.1>259.2		22

表 2 定性离子对、定量离子对及对应的解离电压和碰撞能量的参考值（续）

序号	待测物名称	参考出峰时间 min	离子对 m/z	解离电压 V	碰撞能 eV
17	磺胺甲氧哒嗪	5.20	281.0>92.0	13	28
			281.0>155.9 ^a		16
18	磺胺氯哒嗪	5.96	285.0>92.0	14	26
			285.0>156.0 ^a		12
19	磺胺甲噁唑	6.35	254.0>92.1	22	26
			254.0>155.9 ^a		14
20	磺胺间甲氧嘧啶	6.62	281.0>92.0	12	28
			281.0>155.9 ^a		16
21	磺胺邻二甲氧嘧啶	7.10	311.1>92.0	20	28
			311.1>155.9 ^a		16
22	磺胺二甲异噁唑	7.49	268.0>92.0	12	24
			268.0>155.9 ^a		12
23	磺胺苯酰	8.31	277.0>92.0	14	24
			277.0>155.9 ^a		10
24	磺胺苯吡唑	8.67	315.3>158.2 ^a	12	15
			315.3>160.0		10
25	磺胺氯吡唑	8.76	285.0>92.0	14	26
			285.0>156.0 ^a		12
26	磺胺吡唑	8.84	329.0>156.2 ^a	11	12
			329.0>294.0		10
27	磺胺间二甲氧嘧啶	8.87	311.0>92.0	12	28
			311.0>155.9 ^a		18
28	磺胺喹噁啉	8.97	301.1>92.0	12	26
			301.1>155.9 ^a		14
29	磺胺硝苯	9.31	336.1>156.0 ^a	20	20
			336.1>294.0		10

^a 定量离子。

8.4.3 基质匹配标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下,分别取基质匹配标准系列溶液(8.3)和试样溶液(8.2)上机测定。29种磺胺类药物的定量离子色谱图见附录B。

8.4.4 定性

选择1个母离子和2个子离子,在相同试验条件下,样品中待测物质的保留时间与标准溶液中对应

的保留时间偏差在±2.5%之内;且样品质谱图中定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液谱图中对应的定性离子的相对丰度进行比较,若偏差不超过表 3 规定的范围,则可判定为样品中存在对应的待测物。

表 3 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
最大允许偏差 %	±20	±25	±30	±50

8.4.5 定量

以基质匹配标准系列溶液中待测物的质量浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,标准曲线的相关系数应不低于 0.99。试样溶液与标准溶液中待测物的响应值均应在仪器检测的线性范围内,如超出线性范围,应重新测定。单点校准定量时,试样溶液中待测组分质量浓度与标准溶液质量浓度相差不超过 30%。

9 试验数据处理

试样中待测物含量以质量分数 w_i 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示。多点校准按公式(1)计算,单点校准按公式(2)计算。

$$w_i = \frac{P_i \times V_1 \times V_3}{V_2 \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- P_i ——由标准曲线得到的试样溶液中待测物质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V_1 ——试样提取溶液总体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——复溶试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——净化用试样提取溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算系数。

$$w_i = \frac{A_i \times c_s \times V_1 \times V_3}{A_s \times V_2 \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- A_i ——试样溶液中待测物色谱峰面积;
- c_s ——标准溶液中待测物的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V_1 ——试样提取溶液总体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——复溶试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- A_s ——标准溶液待测物色谱峰面积;
- V_2 ——净化用试样提取溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算系数。



测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

10 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 20%。



附录 A

(资料性)

29 种磺胺类药物标准品的相关资料

29 种磺胺类药物标准品的中英文名称、化学分子式和 CAS 号见表 A.1。

表 A.1 29 种磺胺类药物标准品的中英文名称、化学分子式和 CAS 号

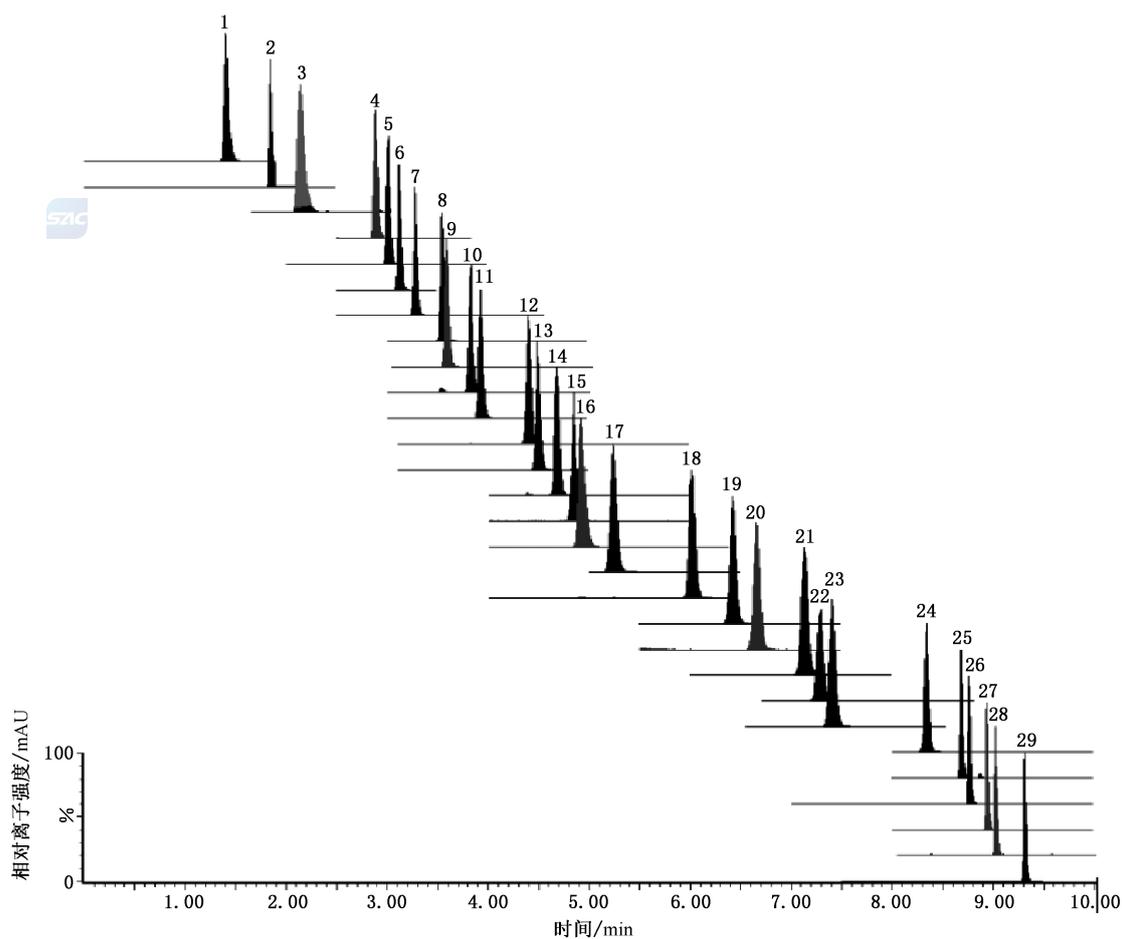
序号	中文名称	英文名称	化学分子式	CAS 号
1	磺胺米隆	Mafenide	$C_7 H_{10} N_2 O_2 S$	138-39-6
2	磺胺胍	Sulfaguanidine	$C_7 H_{10} N_4 O_2 S$	57-67-0
3	磺胺	Sulfanilamide	$C_6 H_8 N_2 O_2 S$	63-74-1
4	磺胺醋酰	Sulfacetamide	$C_8 H_{10} N_2 O_3 S$	144-80-9
5	磺胺二甲异噻啉	Sulfisomidine	$C_{12} H_{14} N_4 O_2 S$	515-64-0
6	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	$C_{10} H_{10} N_4 O_2 S$	68-35-9
7	磺胺噻唑	Sulfathiazole	$C_9 H_9 N_3 O_2 S_2$	72-14-0
8	磺胺吡啶	Sulfapyridine	$C_{11} H_{11} N_3 O_2 S$	144-83-2
9	二甲氧苄氨嘧啶	Diaveridine	$C_{13} H_{16} N_4 O_2$	5355-16-8
10	磺胺甲嘧啶	Sulfamerazine	$C_{11} H_{12} N_4 O_2 S$	127-79-7
11	三甲氧苄氨嘧啶	Trimethoprim	$C_{14} H_{18} N_4 O_3$	738-70-5
12	磺胺二甲唑	Sulfafurazole	$C_{11} H_{13} N_3 O_3 S$	729-99-7
13	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfametoxydiazine	$C_{11} H_{12} N_4 O_3 S$	651-06-9
14	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	$C_9 H_{10} N_4 O_2 S_2$	144-82-1
15	磺胺二甲基嘧啶	Sulfamethazine	$C_{12} H_{14} N_4 O_2 S$	57-68-1
16	二甲氧甲基苄胺嘧啶	Ormetoprim	$C_{14} H_{18} N_4 O_2$	6981-18-6
17	磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxy pyridazine	$C_{11} H_{12} N_4 O_3 S$	80-35-3
18	磺胺氯吡嗪	Sulfachloropyridazine	$C_{10} H_9 Cl N_4 O_2 S$	80-32-0
19	磺胺甲噁唑	Sulfamethoxazole	$C_{10} H_{11} N_3 O_3 S$	723-46-6
20	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	$C_{11} H_{12} N_4 O_3 S$	1220-83-3
21	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	$C_{12} H_{14} N_4 O_4 S$	2447-57-6
22	磺胺二甲异噁唑	Sulfisoxazole	$C_{11} H_{13} N_3 O_3 S$	127-69-5
23	磺胺苯酰	Sulfabenzamide	$C_{13} H_{12} N_2 O_3 S$	127-71-9
24	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	$C_{15} H_{14} N_4 O_2 S$	526-08-9
25	磺胺氯吡嗪	Sulfachloropyrazine	$C_{10} H_9 Cl N_4 O_2 S$	102-65-8
26	磺胺吡唑	Sulfapyrazole	$C_{16} H_{16} N_4 O_2 S$	852-19-7
27	磺胺间二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxine	$C_{12} H_{14} N_4 O_4 S$	155-91-9
28	磺胺喹噁啉	Sulfaquinoxaline	$C_{14} H_{12} N_4 O_2 S$	59-40-5
29	磺胺硝苯	Sulfanitran	$C_{14} H_{13} N_3 O_5 S$	122-16-7

附录 B

(资料性)

29 种磺胺类药物的定量离子色谱图

29 种磺胺类药物的定量离子色谱图见图 B.1。



标引序号说明：

- | | | |
|---------------|------------------|-----------------|
| 1 —— 磺胺米隆； | 11 —— 三甲氧苄氨嘧啶； | 21 —— 磺胺邻二甲氧嘧啶； |
| 2 —— 磺胺胍； | 12 —— 磺胺二甲唑； | 22 —— 磺胺二甲异噁唑； |
| 3 —— 磺胺； | 13 —— 磺胺对甲氧嘧啶； | 23 —— 磺胺苯酰； |
| 4 —— 磺胺醋酰； | 14 —— 磺胺甲噻二唑； | 24 —— 磺胺苯吡唑； |
| 5 —— 磺胺二甲异嘧啶； | 15 —— 磺胺二甲基嘧啶； | 25 —— 磺胺氯吡嗪； |
| 6 —— 磺胺嘧啶； | 16 —— 二甲氧甲基苄胺嘧啶； | 26 —— 磺胺吡唑； |
| 7 —— 磺胺噻唑； | 17 —— 磺胺甲氧哒唑； | 27 —— 磺胺间二甲氧嘧啶； |
| 8 —— 磺胺吡啶； | 18 —— 磺胺氯哒唑； | 28 —— 磺胺喹噁啉； |
| 9 —— 二甲氧苄氨嘧啶； | 19 —— 磺胺甲噻唑； | 29 —— 磺胺硝苯。 |
| 10 —— 磺胺甲嘧啶； | 20 —— 磺胺间甲氧嘧啶； | |

图 B.1 29 种磺胺类药物的定量离子色谱图