

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1757—2009

---

## 饲料中苯骈二氮杂葑类药物的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of benzodiazepines in feeds  
High performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

2009-04-23 发布

2009-05-20 实施

---

中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部畜牧业司提出。

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：农业部饲料质量监督检验测试中心（济南）。

本标准主要起草人：任爱丽、杨段玲、汤文利、赵金毅、梁萌、李斌、刘学江。

## 饲料中苯并二氮杂萘类药物的测定 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了测定饲料中氯氮草、硝西泮、奥沙西泮、氯硝西泮、劳拉西泮、艾司唑仑、阿普唑仑、三唑仑和地西泮等 9 种苯并二氮杂萘类药物含量的液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料。

LC-MS/MS 法定量限为 0.03 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

GB/T 20195 动物饲料试样的制备

### 3 原理

在碱性条件下,用乙酸乙酯提取饲料中苯并二氮杂萘类药物,蒸干提取液用正己烷溶解残渣,经过硅酸镁固相萃取小柱富集、净化,LC-MS/MS 分离测定。

### 4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂。

4.1 水,GB/T 6682,一级和三级。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 甲酸:优级纯。

4.5 正己烷。

4.6 氯化钠。

4.7 乙酸乙酯。

4.8 碳酸钠饱和溶液:称取 56 g 碳酸钠,加入 100 mL 水(三级,4.1),搅拌、配制成饱和溶液。

4.9 0.05%甲酸溶液:准确移取 5.00 mL 甲酸(4.4)于 100 mL 容量瓶中,用水(一级)定容,用 0.20  $\mu\text{m}$  膜过滤后,再准确移取 10.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用水(一级)定容、摇匀。用前超声 5 min。

4.10 洗脱液 I:甲醇(4.2)+正己烷(4.5)+丙酮=45+45+10。

4.11 洗脱液 II:甲醇+水(一级)=70+30。

4.12 苯并二氮杂萘类药物混合贮备溶液(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):分别准确称取 9 种苯并二氮杂萘类药物(氯氮草、硝西泮、奥沙西泮、氯硝西泮、劳拉西泮、艾司唑仑、阿普唑仑、三唑仑和地西泮)化学对照品(各种药物的纯度以 100%计)10.0 mg(精确到 0.1 mg)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解、定容,配制成浓度各为