

ICS 65.120  
B 46

# 中华人民共和国国家标准

农业部 1486 号公告—2—2010

---

## 饲料中可乐定和赛庚啉的测定 液相色谱—串联质谱法

**Determination of clonidine and cyproheptadine in feeds—  
Liquid chromatography–tandem mass spectrometry**

2010-11-16 发布

2010-11-16 实施

---

中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准遵照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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(SAC/TC 76) 归口。

本标准起草单位：上海市兽药饲料检测所、国家饲料质量监督检验中心(北京)、浙江省兽药监察所、河南省饲料产品质量监督检验站。

本标准主要起草人：黄士新、王蓓、顾欣、曹莹、李丹妮、张文刚、严凤、索德成、陈蔷、韦敏珏。

## 饲料中可乐定和赛庚啉的测定 液相色谱—串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了饲料中可乐定和赛庚啉的液相色谱—串联质谱测定方法(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中可乐定和赛庚啉的测定。方法检测限为 0.01 mg/kg,定量限为 0.02 mg/kg。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

### 3 原理

试样经盐酸甲醇混合溶液提取后,用固相萃取小柱净化,洗脱液蒸干后用含 0.2%甲酸的乙腈水溶液溶解,供液相色谱—串联质谱仪进行检测,外标法定量。

### 4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级用水。

- 4.1 甲醇:色谱纯。
- 4.2 甲酸:色谱纯。
- 4.3 乙腈:色谱纯。
- 4.4 盐酸。
- 4.5 氨水。
- 4.6 0.1 mol/L 盐酸溶液:取盐酸 9 mL,用水定容至 1 000 mL。
- 4.7 盐酸甲醇提取液:取 0.1 mol/L 盐酸(4.6)200 mL,加入甲醇 800 mL 混匀。
- 4.8 0.2%甲酸溶液:取 1 mL 甲酸,用水定容至 500 mL。
- 4.9 0.2%甲酸乙腈水溶液:取 0.2%甲酸溶液(4.8)80 mL,与 20 mL 乙腈混合。
- 4.10 5%氨水甲醇溶液:取 5 mL 氨水与 95 mL 甲醇混合。
- 4.11 盐酸可乐定对照品:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.12 盐酸赛庚啉对照品:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.13 可乐定标准贮备液配制:精密称取盐酸可乐定对照品(4.11)适量,加入适量的水溶解,再用甲醇定容,配制成含可乐定浓度约为 1 mg/mL 的标准贮备液,2℃~8℃冷藏保存,有效期六个月。
- 4.14 赛庚啉标准贮备液配制:精密称取盐酸赛庚啉对照品(4.12)适量,用甲醇配制成含赛庚啉浓度约为 1 mg/mL 的标准贮备液,2℃~8℃冷藏保存,有效期六个月。