

ICS 67.120.30
B 50



中华人民共和国国家标准

GB/T 22286—2008

GB/T 22286—2008

动物源性食品中多种 β -受体激动剂 残留量的测定 液相色谱串联质谱法

Determination of β -agonists residues in foodstuff of animal origin—
Liquid chromatography with tandem-mass spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
动物源性食品中多种 β -受体激动剂
残留量的测定 液相色谱串联质谱法
GB/T 22286—2008

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

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

*
书号: 155066·1-34129 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 22286-2008

2008-08-12 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 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。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局、上海市疾病预防控制中心、上海水产大学、中华人民共和国浦江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：郭德华、汪国权、金玉娥、李波、王锡昌、钟一亮、邓晓军、靳海彤、杨景贤。

为 6.16 min、6.24 min、7.01 min、11.07 min、14.65 min、15.66 min、16.52 min、17.47 min、18.72 min、18.77 min、23.11 min、6.10 min 和 15.60 min,标准溶液的液相色谱串联质谱图参见附录 A 中图 A.1。

7.3 液相色谱-串联质谱确证

按照 7.1 液相色谱-串联质谱条件测定样品和标准工作溶液,如果检出的质量色谱峰保留时间与标准样品一致,并且在扣除背景后的样品谱图中,各定性离子的相对丰度与浓度接近的同样条件下得到的标准溶液谱图相比,误差不超过表 3 规定的范围,则可判定样品中存在对应的被测物。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许误差

相对离子丰度	>50%	>20%~50%	>10%~20%	≤10%
允许的相对误差	±20%	±25%	±30%	±50%

7.4 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

8 计算

8.1 按式(1)计算样品中沙丁胺醇、特布他林、塞曼特罗、塞布特罗、莱克多巴胺、克仑特罗、溴布特罗、苯氧丙酚胺、马布特罗、马贲特罗或溴代克仑特罗残留量。计算结果需扣除空白值。

沙丁胺醇-D3 作为沙丁胺醇、特布他林和莱克多巴胺的内标物质,克仑特罗-D9 作为其余 β-受体激动剂的内标物质。

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

式中:

X——样品中被测物残留量,单位为微克每千克(μg/kg);

c——沙丁胺醇、特布他林、塞曼特罗、塞布特罗、莱克多巴胺、克仑特罗、溴布特罗、苯氧丙酚胺、马布特罗、马贲特罗或溴代克仑特罗标准工作溶液的浓度,单位为微克每升(μg/L);

c_{si} ——标准工作溶液中内标物的浓度,单位为微克每升(μg/L);

c_i ——样液中内标物的浓度,单位为微克每升(μg/L);

A_s ——沙丁胺醇、特布他林、塞曼特罗、塞布特罗、莱克多巴胺、克仑特罗、溴布特罗、苯氧丙酚胺、马布特罗、马贲特罗或溴代克仑特罗标准工作溶液的峰面积;

A——样液中沙丁胺醇、特布他林、塞曼特罗、塞布特罗、莱克多巴胺、克仑特罗、溴布特罗、苯氧丙酚胺、马布特罗、马贲特罗或溴代克仑特罗的峰面积;

A_{si} ——标准工作溶液中内标物的峰面积;

A_i ——样液中内标物的峰面积;

V——样品定容体积,单位为毫升(mL);

m——样品称样量,单位为克(g)。

8.2 计算结果小于本标准检出限 0.5 μg/kg 时,视为未检出。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 30%。

动物源性食品中多种 β-受体激动剂 残留量的测定 液相色谱串联质谱法

1 范围

本标准规定了动物源性食品中沙丁胺醇(salbutamol)、特布他林(terbutaline)、塞曼特罗(cimat-erol)、塞布特罗(cimbuterol)、莱克多巴胺(ractompamine)、克仑特罗(clenbuterol)、溴布特罗(brombu-terol)、苯氧丙酚胺(isoxsuprine)、马布特罗(mabuterol)、马贲特罗(mapenterol)、溴代克仑特罗(brom-chlorbuterol)残留量的液相色谱-串联质谱的测定方法。

本标准适用于猪肝和猪肉中沙丁胺醇、特布他林、塞曼特罗、塞布特罗、莱克多巴胺、克仑特罗、溴布特罗、苯氧丙酚胺、马布特罗、马贲特罗、溴代克仑特罗残留量的检验。

本方法中沙丁胺醇、特布他林、塞曼特罗、塞布特罗、莱克多巴胺、克仑特罗、溴布特罗、苯氧丙酚胺、马布特罗、马贲特罗、溴代克仑特罗的检出限均为 0.5 μg/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 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

试样中的残留物经酶解,用高氯酸调节 pH 值,沉淀蛋白后离心,上清液用异丙醇-乙酸乙酯提取,再用阳离子交换柱净化,液相色谱-串联质谱法测定,内标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 一级水的标准。

4.1 甲醇:液相色谱纯。

4.2 乙酸钠(CH₃COONa·3H₂O)。

4.3 0.2 mol/L 乙酸钠缓冲液:称取 13.6 g 乙酸钠,溶解于 500 mL 水中,用适量乙酸调节 pH 至 5.2。

4.4 高氯酸:70%~72%。

4.5 0.1 mol/L 高氯酸:移取 8.7 mL 高氯酸,用水稀释至 1 000 mL。

4.6 氢氧化钠。

4.7 10 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 40 g 氢氧化钠,用适量水溶解冷却后,用水稀释至 100 mL。

4.8 饱和氯化钠溶液。

4.9 异丙醇-乙酸乙酯:(6+4,体积比)。

4.10 甲酸水溶液:2%。

4.11 氨水甲醇溶液:5%。

4.12 0.1%甲酸水溶液-甲醇溶液:(95+5,体积比)。

4.13 β-葡萄糖醛糖苷酶/芳基硫酸酯酶(β-Glucuronidase/aryl sulfatase):10 000 units/mg。

4.14 Oasis MCX 阳离子交换柱:60 mg/3 mL,使用前依次用 3 mL 甲醇和 3 mL 水活化。

注:Oasis MCX 阳离子交换柱是由 Waters 公司提供的产品的商品名。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他产品能有相同的效果,则可使用这些等效的产品。