

ICS 65.120  
B 46



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23741—2009

GB/T 23741—2009

## 饲料中 4 种巴比妥类药物的测定

Determination of four kinds of barbiturates in feeds

中华人民共和国  
国家标准  
饲料中 4 种巴比妥类药物的测定  
GB/T 23741—2009

\*

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](http://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 12 千字  
2009 年 7 月第一版 2009 年 7 月第一次印刷

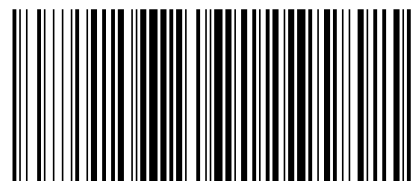
\*

书号: 155066·1-38178 定价 16.00 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 23741—2009

2009-05-12 发布

2009-09-01 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

附录 A  
(资料性附录)

4 种巴比妥类药物标准样品谱图

A.1 图 A.1 给出了 4 种巴比妥类药物液相色谱图。

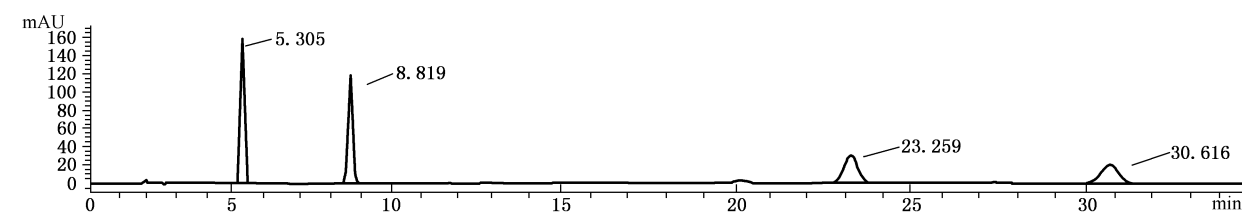
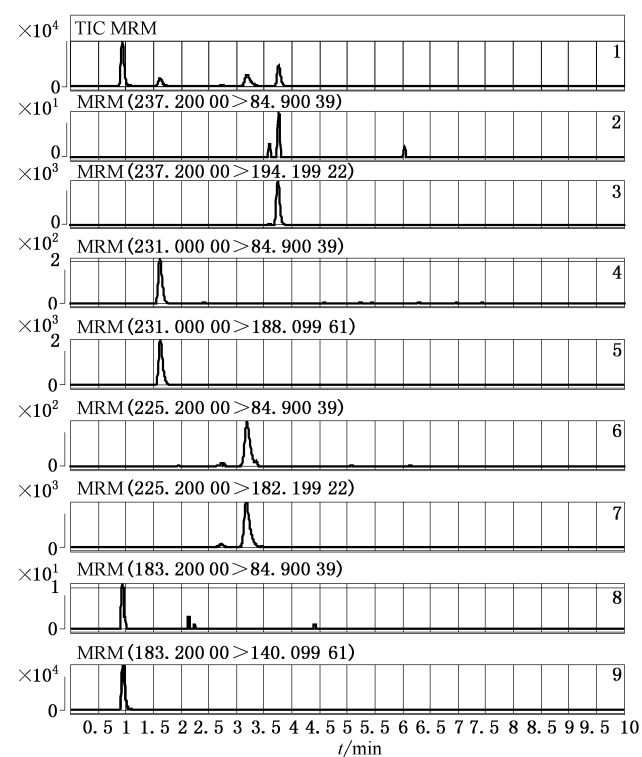


图 A.1 4 种巴比妥类药物液相色谱条件下标准样品图谱

A.2 图 A.2 给出了 4 种巴比妥类药物液相色谱-串联质谱图。



- 1——总离子流色谱图；
- 2——司可巴比妥定性离子；
- 3——司可巴比妥定量离子；
- 4——苯巴比妥定性离子；
- 5——苯巴比妥定量离子；
- 6——异戊巴比妥定性离子；
- 7——异戊巴比妥定量离子；
- 8——巴比妥定性离子；
- 9——巴比妥定量离子。

图 A.2 4 种巴比妥类药物液相色谱-串联质谱图(MRM 色谱图)(200 ng/mL)

## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准主要起草单位: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:李俊玲、李会荣、强莉、刘继明、门晓冬、李宏、杨志强。

表2 4种巴比妥类药物的定性、定量离子对及碰撞能量

被测物名称	定性离子对 (m/z)	定量离子对 (m/z)	保留时间/ min	毛细管出口端电压/ V	碰撞能量/ eV
巴比妥	183.2>84.9	183.2>140.1	0.933	80	20
	183.2>140.1				5
苯巴比妥	231.0>84.9	231.0>188.1	1.615	80	10
	231.0>188.1				5
异戊巴比妥	225.2>84.9	225.2>182.2	3.179	80	10
	225.2>182.2				10
司可巴比妥	237.2>84.9	237.2>194.2	3.750	80	20
	237.2>194.2				5

### 9.3 巴比妥类药物定性、定量离子对及碰撞能量

4种巴比妥类药物定性、定量离子对及碰撞能量见表2。

### 9.4 标准曲线的绘制

取混合标准中间液(4.12)适量逐步稀释,用乙腈水(4.7)稀释定容,配制成浓度分别为0.01 μg/mL、0.025 μg/mL、0.050 μg/mL、0.075 μg/mL、0.100 μg/mL、0.200 μg/mL的混合标准工作液,浓度由低到高进样,根据峰面积和浓度计算回归方程。4种巴比妥类药物液相色谱-串联质谱条件下标准样品图谱参见图A.2。

### 9.5 试液准备

取7.2项下的待测液,根据药物的浓度用乙腈水溶液(4.7)适当稀释。

### 9.6 定性测定

根据试样中各种化合物的保留时间和特征选择离子定性,试样中待测物质的保留时间与混合标准品工作液中对应的保留时间偏差在±2.5%之内,且样品谱图中各组分定性离子的相对离子丰度与浓度接近的标准品工作液中对应的定性离子的相对离子丰度进行比较,若相差不超过表3规定的范围,则可判定为试样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相差 %

相对离子丰度	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大相差	±15	±20	±25	±30

### 9.7 定量测定

以定量离子的色谱峰面积进行单点或多点校正定量。多点校准法定量,根据峰面积的响应值,从标准曲线中得到待测样中4种巴比妥类药物的浓度( $c_{i2}$ );单点定量,根据样品峰面积的响应值与标准溶液峰面积的响应值比值与标准溶液浓度的乘积得到待测样中4种巴比妥类药物的浓度( $c_{i2}$ )。

### 9.8 结果计算

试样中4种巴比妥类药物的含量 $X_{i2}$ ,以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(2)计算:

$$X_{i2} = \frac{c_{i2} \times V \times V_2 \times V_4 \times 1000}{m \times V_1 \times V_3 \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$c_{i2}$ ——试样中某种巴比妥类药物色谱峰面积对应的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$V$ ——加入提取液的总体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——氮吹至干后溶解残渣用甲醇水溶液的体积,单位为毫升(mL);

## 饲料中4种巴比妥类药物的测定

### 1 范围

本标准规定了饲料中巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥的高效液相色谱测定方法和液相色谱-串联质谱测定法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中4种巴比妥类药物的测定。高效液相色谱测定方法定量限为1 mg/kg,液相色谱-串联质谱方法定量限为0.05 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 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 14699.1 饲料 采样(GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(GB/T 20195—2006,ISO 6498:1998,IDT)

### 3 方法原理

试样中的4种巴比妥类药物用三氯甲烷提取、过滤,滤液吹干后溶解过固相萃取小柱净化,洗脱液蒸干后用甲醇水溶解,在高效液相色谱仪上分离、测定,或在高效液相色谱-串联质谱仪上测定,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,实验室用水符合GB/T 6682一级水的规定。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 三氯甲烷。

4.4 二氯甲烷。

4.5 2%甲醇水溶液:取2 mL甲醇与98 mL水混合。

4.6 甲醇水溶液:1+1。

4.7 乙腈水溶液:30+70。

4.8 磷酸盐缓冲液: $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mmol/L}$ ,pH=6.0。称取14.2 g的无水磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ),加水定容至1 000 mL,摇匀;另称取15.6 g的磷酸二氢钠( $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),加水定容至1 000 mL,摇匀。取上述两种溶液按123+877的比例混匀即可。

4.9 流动相:甲醇+水=45+55。

4.10 巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥标准品:纯度≥99.0%。

4.11 标准贮备液:准确称取巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥标准品各25 mg,分别用甲醇(4.1)溶解,定容至25 mL,配成浓度为1 mg/mL的标准贮备液。2℃~8℃冷藏保存,有效期三个月。

4.12 混合标准中间液:准确移取巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥贮备液(4.11)各5 mL,用甲醇(4.1)定容至50 mL,该混合溶液中巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥的浓度均为100 μg/mL。2℃~8℃冷藏保存,有效期一个月。