

ICS 67.050  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22965—2008

GB/T 22965—2008

## 牛奶和奶粉中 12 种 $\beta$ -兴奋剂 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of 12  $\beta$ -agonists residues in milk and milk powder—  
LC-MS-MS method

中华人民共和国  
国家标准  
牛奶和奶粉中 12 种  $\beta$ -兴奋剂  
残留量的测定  
液相色谱-串联质谱法  
GB/T 22965—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](http://www.spc.net.cn)  
电话:68523946 68517548

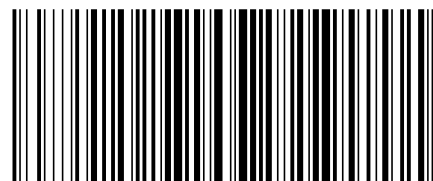
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字  
2009 年 4 月第一版 2009 年 4 月第一次印刷

\*  
书号: 155066 · 1-36752 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 22965—2008

2008-12-31 发布

2009-05-01 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、附录 B 为资料性附录。

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国福建出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：杨方、刘正才、林永辉、余孔捷、黄杰、李耀平、陈健、庞国芳。

附录 B  
(资料性附录)  
回收率

牛奶和奶粉中 12 种  $\beta$ -兴奋剂  
残留量的测定  
液相色谱-串联质谱法

12 种  $\beta$ -兴奋剂类药物的添加浓度及其平均回收率范围的试验数据见表 B.1。

表 B.1 12 种  $\beta$ -兴奋剂类药物的添加浓度及其平均回收率范围的试验数据

化合物名称	添加浓度/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/%	
		牛奶	奶粉
莱克多巴胺	0.10	91.8	92.2
	0.20	89.3	91.8
	0.50	92.7	91.4
	1.0	91.9	94.6
沙丁胺醇	0.10	89.7	93.2
	0.20	90.5	91.9
	0.50	90.3	92.3
	1.0	91.6	93.0
塞曼特罗	0.10	86.4	86.7
	0.20	86.3	87.9
	0.50	86.8	87.6
	1.0	87.5	86.3
克仑潘特	0.10	86.7	88.5
	0.20	91.7	87.5
	0.50	91.0	88.5
	1.0	89.9	88.1
克仑特罗	0.10	93.0	94.1
	0.20	94.7	91.9
	0.50	93.2	91.8
	1.0	93.6	91.3
溴布特罗	0.10	87.7	86.6
	0.20	88.9	84.9
	0.50	88.5	88.2
	1.0	87.1	86.2
妥布特罗	0.50	88.1	88.9
	1.0	89.9	85.1
	2.5	87.8	90.4
马布特罗	5.0	91.2	90.7
	0.50	87.6	82.2
	1.0	89.7	82.8
特布他林	2.5	83.7	86.2
	5.0	86.7	88.0
	0.50	85.5	87.2
利托君	1.0	88.7	84.6
	2.5	87.0	88.5
	5.0	86.4	86.7
利托君	0.50	86.0	88.6
	1.0	87.6	86.1

### 1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中 12 种  $\beta$ -兴奋剂残留量的液相色谱-串联质谱的测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中 12 种  $\beta$ -兴奋剂多残留的测定。12 种  $\beta$ -兴奋剂药物包括溴布特罗 (brombuterol)、塞曼特罗 (cimaterol)、克仑特罗 (clenbuterol)、克仑潘特 (clenpenterol)、羟甲基氨克仑特罗 (hydroxymethylclenbuterol)、苯氧丙酚胺 (isoxsuprine)、马布特罗 (mabuterol)、莱克多巴胺 (ractopamin)、利托君 (ritodrine)、沙丁胺醇 (salbutamol)、特布他林 (terbutaline) 和妥布特罗 (tulobuterol)。

本标准的方法检出限:牛奶中莱克多巴胺、沙丁胺醇、塞曼特罗、克仑潘特和克仑特罗的检出限为 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,溴布特罗、妥布特罗、马布特罗、特布他林、利托君、苯氧丙酚胺和羟甲基氨克仑特罗的检出限为 0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ;奶粉中莱克多巴胺、沙丁胺醇、塞曼特罗、克仑潘特和克仑特罗的检出限为 0.4  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,溴布特罗、妥布特罗、马布特罗、特布他林、利托君、苯氧丙酚胺和羟甲基氨克仑特罗的检出限为 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义 (GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法 (GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

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

样品经稀酸水解、高氯酸沉淀蛋白后,残留的  $\beta$ -兴奋剂以乙酸乙酯与异丙醇混合溶剂萃取,混合型阳离子交换反相吸附固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱测定,内标法定量。

### 4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 甲醇:色谱纯。
- 4.2 异丙醇。
- 4.3 乙酸乙酯。
- 4.4 乙腈:色谱纯。
- 4.5 甲酸。
- 4.6 高氯酸。