

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2217—2008

进出口动物源性食品中巴比妥类药物
残留量的检测方法
高效液相色谱-质谱/质谱法

Determination of barbiturates residues in foodstuffs of
animal origin for import and export—HPLC-MS/MS method

2008-11-18 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国湖南出入境检验检疫局、中华人民共和国岳阳出入境检验检疫局、中华人民共和国湖北出入境检验检疫局和中华人民共和国山东出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：王美玲、戴华、张莹、李拥军、颜鸿飞、王鹏、林黎明、曹克、黄志强。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口动物源性食品中巴比妥类药物 残留量的检测方法 高效液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了动物源性食品中巴比妥、苯巴比妥、仲丁比妥、异戊巴比妥、戊巴比妥、司可比妥残留量的高效液相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于猪肉、鸡肉、鱼肉、猪肝中巴比妥、苯巴比妥、仲丁比妥、异戊巴比妥、戊巴比妥、司可比妥残留量的测定。

2 方法提要

用酸性乙腈提取试样中残留的巴比妥类药物,经正己烷去除脂肪、固相萃取柱净化后,采用高效液相色谱-质谱/质谱法检测,内标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为重蒸馏水。

- 3.1 乙腈:高效液相色谱级。
- 3.2 甲醇:高效液相色谱级。
- 3.3 乙酸铵:优级纯。
- 3.4 冰乙酸:优级纯。
- 3.5 正己烷:优级纯。
- 3.6 乙酸乙酯。
- 3.7 乙腈饱和的正己烷:100 mL 乙腈中加入 100 mL 正己烷,充分振荡后,静置分层,取上层液体。
- 3.8 无水硫酸钠:650 °C 灼烧 4 h,置于干燥器中备用。
- 3.9 乙酸铵缓冲液:0.1 mol/L, pH=5.0。称取 7.71 g 乙酸铵,用水溶解并定容至 1 000 mL,以冰乙酸调节 pH 到 5.0。
- 3.10 0.1% 乙酸乙腈溶液:准确吸取 1.0 mL 冰乙酸至 1 000 mL 容量瓶,用乙腈定容至刻度。
- 3.11 淋洗液 I:乙酸铵缓冲液(3.9)-甲醇(90+10,体积比)。
- 3.12 淋洗液 II:正己烷-乙酸乙酯(95+5,体积比)。
- 3.13 洗脱液:正己烷-乙酸乙酯(50+50,体积比)。
- 3.14 固相萃取小柱:6 mL/200 mg, Oasis HLB 或相当者。
- 3.15 标准物质:巴比妥、苯巴比妥、仲丁比妥、异戊巴比妥、戊巴比妥、司可比妥均为 1.0 mg/mL 的甲醇溶液。标准物质信息参见附录 A。
- 3.16 混合标准储备液的配置:分别准确移取 1.0 mL 单个药物的标准溶液(3.15)于 10 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,配制成浓度为 100 μ g/mL 的混合储备液,4 °C 下避光保存,有效期 6 个月。
- 3.17 混合标准中间液的配置:用甲醇稀释混合标准储备液至终浓度约为 100 ng/mL。
- 3.18 同位素内标溶液: D_5 -戊巴比妥,100 μ g/mL 的甲醇溶液。标准物质信息参见附录 A。
- 3.19 同位素内标中间液的配置:用甲醇稀释同位素内标溶液(3.18)至最终浓度为 100 ng/mL。
- 3.20 标准工作溶液的配置:根据需要,临用时吸取一定量的混合标准中间液(3.17)和同位素内标中间