

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1924—2007

进出口动物源食品中克伦特罗、 莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林残留量 的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of clenbuterol, ractopamine, salbutamol and
terbutalin residues in foodstuffs of animal origin for import and
export—HPLC-MS/MS method

2007-05-23 发布

2007-12-01 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 和附录 B 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、中华人民共和国河南出入境检验检疫局、中华人民共和国湖南出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：邓晓军、朱坚、郭德华、李波、杨冀州、戴华、陈惠兰、郭俊峰、王美玲、陈墨莲。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口动物源食品中克伦特罗、 莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林残留量 的检测方法 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克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林残留量的制样和测定方法。

本标准适用于动物源性食品肌肉和内脏中克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林残留量的检测。

2 试样制备与保存

2.1 试样制备

从所取全部样品中取出有代表性样品约 500 g,充分绞碎,混匀,均分成两份,分别装入洁净容器内。密封作为试样,标明标记。在制样的操作过程中,应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

2.2 试样保存

将试样于 -18°C 保存。

3 方法提要

试样中的药物残留采用 pH5.2 的乙酸铵缓冲溶液提取,同时加入 β -盐酸葡萄糖醛酰酶-芳基硫酸酯酶进行酶解后,提取液经 C_{18} 和 SCX 双 SPE 柱净化,液相色谱-质谱进行测定,内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定,均使用分析纯试剂,水为超纯水。

4.1 甲醇:液相色谱级。

4.2 乙腈:液相色谱级。

4.3 乙酸铵。

4.4 乙酸乙酯。

4.5 氢氧化铵。

4.6 盐酸。

4.7 甲酸。

4.8 冰乙酸。

4.9 β -盐酸葡萄糖醛酰酶-芳基硫酸酯酶:含 β -盐酸葡萄糖醛酰酶 134 600 U/mL,芳基硫酸酯酶 5 200 U/mL。

4.10 乙酸铵缓冲溶液:0.02 mol/L,pH=5.2。溶解 1.54 g 乙酸铵于 900 mL 水中,用冰乙酸调节 pH 到 5.2 ± 0.1 ,最后用水稀释到 1 L,于 $+4^{\circ}\text{C}$ 贮存,使用期为 1 个月。

4.11 乙酸乙酯-氢氧化铵(97+3,体积比)。使用前搅拌,同时用超声波水浴超声使成均相。

4.12 盐酸溶液:0.03 mol/L。取 30 mL,1 mol/L 的盐酸溶液用水稀释到 1 L。

4.13 标准品:特布他林(分子式: $\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{NO}_3$,CAS 号:23031-25-6)、克伦特罗(分子式: $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}$ CAS 号:37148-27-9)、 D_9 -克伦特罗、沙丁胺醇(分子式: $\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{NO}_3$ CAS 号:18559-94-9)、 D_3 -沙丁胺醇、