

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1458—2007

## 饲料中盐酸异丙嗪、盐酸氯丙嗪、地西洋、 盐酸硫利达嗪和奋乃静的同步测定 高效液相色谱法和液相色谱质谱联用法

Simultaneous determination of promethazine hydrochloride, chlorpromazine hydrochloride, diazepam, perphenazine and thioridazine hydrochloride in Feeds by high performance liquid chromatography and liquid chromatography-mass spectrometry

2007-12-18 发布

2008-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部畜牧业司提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准由农业部饲料效价与安全监督检验测试中心(北京)、中国农业大学负责起草。

本标准主要起草人:杨文军、张丽英、常碧影、王宗义、贺平丽。

# 饲料中盐酸异丙嗪、盐酸氯丙嗪、地西洋、 盐酸硫利达嗪和奋乃静的同步测定 高效液相色谱法和液相色谱质谱联用法

## 1 范围

本标准规定了以高效液相色谱法(HPLC)和液相色谱质谱联用法(LC-MS)同步测定饲料中盐酸异丙嗪、盐酸氯丙嗪、地西洋、盐酸硫利达嗪和奋乃静的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料及添加剂预混合饲料的测定,每种药物最低检出浓度 HPLC 法为 1 mg/kg;LC-MS 确证法为 0.2 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 14699.1 饲料 采样

## 3 原理

用酸性乙腈提取试样中的 5 种药物。提取液经氮气吹干,用稀盐酸溶解后,通过固相萃取小柱(SPE)净化,在 HPLC 反相柱上分离,紫外检测器定量测定,质谱法确证。

## 4 试剂和溶液

除非另有说明,在色谱分析中仅使用确认为色谱纯的试剂,其他试剂选用分析纯即可。水为符合 GB/T 6682 一级用水的规定。

4.1 甲醇。

4.2 乙腈。

4.3 无水甲酸。

4.4 氨水。

4.5 盐酸。

4.6 0.1%的甲酸溶液:将 1 mL 无水甲酸(4.3)用水定容至 1 000 mL,通过 0.45  $\mu$ m 滤膜。

4.7 样品上柱稀释液和淋洗液 1: $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$  的盐酸溶液。将 1.67 mL 盐酸(4.5)用水定容至 1 000 mL。

4.8 淋洗液 2: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$  的盐酸溶液。将 8.33 mL 盐酸(4.5)用水定容至 1 000 mL。

4.9 淋洗液 3:甲醇。

4.10 洗脱液:2%氨水的甲醇溶液。将 2 mL 氨水(4.4)用甲醇定容至 100 mL。

4.11 中性洗脱液:取洗脱液(4.10)97.5 mL,加入 2.5 mL 无水甲酸(4.3)混匀,现配现用。

4.12 提取液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$  的盐酸溶液。将 4.17 mL 盐酸(4.5)用水定容至 100 mL 和乙腈(4.2),(1+9,v/v)。