



中华人民共和国国家标准

GB/T 22993—2008

牛奶和奶粉中八种镇定剂残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of eight tranquillizers residues
in bovine milk and milk powder—
LC-MS-MS method

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。

本标准由中华人民共和国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、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：宋文斌、李一尘、李军、隋凯、董振霖、李百舸、王旭、赵守成、庞国芳。

牛奶和奶粉中八种镇定剂残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中乙酰丙嗪(cetopromazine)、氯丙嗪(chlorpromazin)、氟哌啶醇(haloperidol)、丙酰二甲氨基丙吩噻嗪(propionylpromazine)、甲苯噻嗪(xylazine)、阿扎哌隆(azaperone)及其代谢物阿扎哌醇(azaperol)和 β -阻断剂咪唑心安(carazolol)残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中乙酰丙嗪、氯丙嗪、氟哌啶醇、丙酰二甲氨基丙吩噻嗪、甲苯噻嗪、阿扎哌隆、阿扎哌醇、咪唑心安残留量的测定。

本标准方法检出限:牛奶中乙酰丙嗪、氯丙嗪、丙酰二甲氨基丙吩噻嗪、咪唑心安均为 $0.5\ \mu\text{g/L}$,甲苯噻嗪为 $0.25\ \mu\text{g/L}$,阿扎哌隆为 $0.2\ \mu\text{g/L}$,阿扎哌醇为 $0.15\ \mu\text{g/L}$,氟哌啶醇为 $0.1\ \mu\text{g/L}$,奶粉中乙酰丙嗪、氯丙嗪、丙酰二甲氨基丙吩噻嗪、咪唑心安均为 $4.0\ \mu\text{g/kg}$,甲苯噻嗪为 $2.0\ \mu\text{g/kg}$,阿扎哌隆为 $1.6\ \mu\text{g/kg}$,阿扎哌醇为 $1.2\ \mu\text{g/kg}$,氟哌啶醇为 $0.8\ \mu\text{g/kg}$ 。

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。凡是不注明日期的引用文件,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

样品在碱性条件下用特丁基甲醚提取,提取液用磷酸盐缓冲液调成酸性,弃去有机相,水相再调成碱性用特丁基甲醚净反萃后浓缩定容,进行液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为GB/T 6682规定的一级水。

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 甲醇:色谱纯。
- 4.3 无水乙醇:色谱纯。
- 4.4 盐酸:优级纯。
- 4.5 特丁基甲醚。
- 4.6 氢氧化钠。
- 4.7 氢氧化钠溶液: $5\ \text{mol/L}$ 。称取 $50.0\ \text{g}$ 氢氧化钠(4.6)用水溶解,定容到 $250\ \text{mL}$ 。
- 4.8 磷酸二氢钾。
- 4.9 磷酸二氢钾溶液: $1\ \text{mol/L}$, $\text{pH}=3.0$,称取 $68.045\ \text{g}$ 磷酸二氢钾(4.8)用水溶解,用盐酸(4.4)将