



中华人民共和国国家标准

GB/T 20747—2006

牛和猪肌肉中安乃近代谢物残留量 的测定 液相色谱-紫外检测法和 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of metabolite residues of dipyrone in
bovine and porcine muscle tissues—
LC-UV and LC-MS-MS method

2006-12-31 发布

2007-03-01 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、附录 C 和附录 D 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国质量监督检验检疫总局归口。

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、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：庞国芳、谢丽琪、沈金灿、林燕奎、陈佩金、韩瑞阳。

本标准系首次发布的国家标准。

牛和猪肌肉中安乃近代谢物残留量的测定 液相色谱-紫外检测法和液相色谱-串联质谱法

第一法 液相色谱法

1 范围

本部分规定了牛和猪肌肉中安乃近代谢物 4-甲酰氨基安替比林(4-formylaminoantipyrine)、4-甲基氨基安替比林(4-methylaminoantipyrine)和 4-氨基安替比林(4-aminoantipyrine)的液相色谱测定方法。

本部分适用于牛和猪肌肉中 4-甲酰氨基安替比林、4-甲基氨基安替比林和 4-氨基安替比林残留量的测定。

本部分的方法检出限：4-甲酰氨基安替比林为 12.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，4-氨基安替比林为 15.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，4-甲基氨基安替比林为 20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。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部分，然而，鼓励根据本部分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部分。

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—1992, neq ISO 3696:1987)

3 原理

肌肉中安乃近代谢物残留用硫酸钠溶液($\text{pH}=7$)提取，过滤后经 Bond Elut C_{18} 固相萃取柱或相当者净化，用甲醇洗脱，氮气吹干。残渣用甲醇+水溶解，供液相色谱仪测定。4-甲酰氨基安替比林用外标法定量、4-甲基氨基安替比林和 4-氨基安替比林用内标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 乙腈：色谱纯。

4.3 硫酸钠。

4.4 亚硫酸钠。

4.5 乙酸铵：色谱纯。

4.6 硫酸钠+亚硫酸钠提取溶液：准确称取 14.20 g 无水硫酸钠和 2.52 g 亚硫酸钠，用水溶解，并使其体积达到约 950 mL，然后用 0.5 mol/L 的稀硫酸调节溶液的 pH 值至 7.0，用水定容至 1 000 mL。

4.7 淋洗液：甲醇+水(5+95)。