

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 468—2001

动物组织中盐酸克伦特罗的测定 气相色谱-质谱法

2001-09-03 发布

2001-10-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准起草单位：农业部畜禽产品质量监督检验测试中心、北京师范大学分析测试中心。

本标准主要起草人：杨清峰、邓志威、谢孟峡、陈刚、薛毅、单吉浩。

动物组织中盐酸克伦特罗的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了以气相色谱-质谱(GC-MS)法测定动物组织中盐酸克伦特罗残留的方法。
本标准适用于动物肝脏组织中盐酸克伦特罗的测定。方法的最低检出限为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 原理

样品用 β -盐酸葡萄糖醛酰酶或芳基硫酸酯酶,在 pH5.2 的缓冲溶液中消化。萃取的组织样液通过离心和过滤分离。萃取液用 C_{18} 和 SCX 小柱,固相萃取净化,分离的药物残留经过双三甲基硅基三氟乙酰胺(BSTFA)衍生后用带有质量选择检测器的气相色谱仪测定。

3 试剂和材料

- 3.1 乙酸铵缓冲液(20 mmol/L, pH 5.2):溶解 1.45 g 乙酸铵于 500~700 mL 水中,用乙酸调整 pH 值为 5.2 并稀释到 1 L。
- 3.2 β -盐酸葡萄糖醛酰酶或芳基硫酸酯酶溶液 30 U/mL 或相当者。
- 3.3 30 mmol/L 盐酸:稀释 30 mL 1 mol/L 盐酸到 1 L 蒸馏水中。
- 3.4 甲醇:分析纯。
- 3.5 氨化甲醇(amoniun methanol):4%。用甲醇稀释 4mL 氨溶液(密度 0.88 g/mL)至 100 mL。
- 3.6 双三甲基硅基三氟乙酰胺(BSTFA)。
- 3.7 甲苯:分析纯。
- 3.8 C_{18} 小柱:supelclean LC-18 Sep Pak 小柱 500 mg, 3 mL。
- 3.9 SCX 小柱:supelclean, LC-SCX Sep Pak 小柱 500 mg, 3 mL。
- 3.10 盐酸克伦特罗标准溶液
 - 3.10.1 储备液:精确称取适量的盐酸克伦特罗(含量不少于 98.5%),用甲醇配成浓度约 1 mg/mL 的标准储备液,储于冰箱中。有效期 3 个月。
 - 3.10.2 工作液:将储备液用甲醇稀释为 0.05~2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,存放在冰箱中备用。

4 仪器及设备

- 4.1 离心瓶:50 mL,具塞。
- 4.2 Sep-Pak 真空接头。
- 4.3 具聚四氟乙烯拧盖的试管。
- 4.4 匀浆机。
- 4.5 机械真空泵。
- 4.6 旋涡混合器。
- 4.7 恒温箱:精度为 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.8 GC-MS 联用仪:装有弱极性或非极性毛细管柱的气相色谱仪和具电子轰击离子源及检测器。