

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1033—2006

饲料中西马特罗的测定 气相色谱 / 质谱法

Determination of cimaterol in feeds
Gas chromatography/mass spectrometry method

2005-09-21 发布

2005-12-01 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。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准由国家饲料质量监督检验中心(北京)负责起草。

本标准主要起草人:李玉芳、宋荣、范理、高升、郑君杰、苏晓鸥。

饲料中西马特罗的测定

气相色谱/质谱法

1 范围

本标准规定了用气相色谱/质谱法(GC/MS)测定饲料中西马特罗含量的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料及添加剂预混饲料中西马特罗的测定。最低检测浓度为 0.05 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,然后,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—1992 分析实验室用水规格和实验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 方法原理

用乙酸钠缓冲溶液提取饲料中的西马特罗,提取液过固相提取柱(SPE)净化,吹干,经衍生后,直接在气相色谱/质谱仪上测定。

4 试剂和材料

以下试剂除特别注明者外均为分析纯,水应符合 GB/T 6682—1992 一级水要求。

4.1 氨水。

4.2 冰乙酸。

4.3 三水合乙酸钠。

4.4 N,O-双三甲基硅基三氟乙酰胺(BSTFA)。

4.5 甲苯,色谱纯。

4.6 提取溶液:乙酸钠缓冲溶液,称取 31.63 g 三水合乙酸钠(4.3)溶于水,加入 11.6 mL 冰乙酸(4.2),pH 约为 4.8,用水稀释至 1 L。

4.7 固相净化萃取小柱(SPE)所用试剂。

4.7.1 3 cc/60 mg MCX 柱^①或同等效果净化柱。

4.7.2 淋洗液 A:乙酸溶液 $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1 \text{ mol/L}$:取 5.72 mL 冰乙酸(4.2)于 100 mL 容量中,用水定容至刻度摇匀。

4.7.3 淋洗液 B:甲醇,色谱纯。

4.7.4 乙酸乙酯洗脱液:取 3.5 mL 氨水(4.1)于 100 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯(色谱纯)定容刻度,摇匀。

^① MCX 固相萃取小柱是由 Waters 提供的产品的商品名称,给出这一信息是为了给本行业标准的使用者提供方便,而不是标准主管部门对这一产品的认可。

4.7.5 氮气:普通氮气。

4.8 氮气(99.999%)。

4.9 西马特罗标准品:含量大于99.5%。

4.10 西马特罗标准液

4.10.1 西马特罗标准储备液:称取5 mg西马特罗标准品(精确至0.000 01 g),溶于甲醇(色谱纯)溶液中并定容至25 mL,此储备液浓度为200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.10.2 西马特罗标准工作溶液:移取125 μL 西马特罗储备液(4.10.1)用甲醇(色谱纯)稀释到25 mL,此工作溶液浓度为1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.10.3 西马特罗标准系列:取适量标准工作溶液(4.10.2)于10 mL容量瓶中,用甲醇(色谱纯)定容至可度,配制成0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准系列。

5 仪器和设备

实验室常用仪器设备和

5.1 分析天平:感量0.000 1 g;感量0.000 01 g。

5.2 旋转振荡器:水平或往复运动,频率250次/min~300次/min。

5.3 固相萃取抽真空装置。

5.4 电加热氮吹仪。

5.5 电热恒温鼓风干燥箱。

5.6 气相色谱/质谱仪:装有弱极性或非极性的毛细管柱的气相色谱仪和具有电子轰击离子源及检测器。

6 试样制备

按GB/T 14699.1采取实验室样品(用四分法缩减分取200 g)粉碎使之全部通过0.45 mm孔径筛,充分混匀,装入磨口瓶中备用。

7 分析步骤

7.1 提取:称取试样(配合饲料约1 g,浓缩饲料和添加剂预混饲料约0.5 g样品),精确至0.000 1 g,置于250 mL三角瓶中,准确加入提取液50 mL(4.6),振摇使之全部润湿,盖紧塞子,放在旋转振荡器上,振荡20 min,取下,溶液通过定性滤纸过滤,收集约30 mL备用。

7.2 净化:精确吸取2 mL试样溶液(7.1)置于SPE小柱上,打开真空泵,调节压力,使其过滤速度不超过2 mL/min,再分别取2 mL/L淋洗液A(4.7.2)和3 mL淋洗液B(4.7.3)淋洗SPE小柱,丢弃所有的流出液,最后取5 mL乙酸乙酯洗脱液(4.7.4)洗脱,用具塞试管收集,将洗脱液置于40℃的条件下,用氮气(4.7.5)吹干。

7.3 衍生:在具塞试管加入衍生剂BSTFA(4.4)100 μL ,充分涡旋混合后,置(70±5)℃烘箱中,反应30 min。用氮气吹干,加2 mL甲苯(4.5),混匀,浓度高时可用甲苯稀释,用于气相色谱/质谱仪分析。同时,用西马特罗标准系列做同步衍生。

7.4 测定步骤

7.4.1 色谱条件

色谱柱:DB-5MS,长30 m,内径0.25 mm,粒径0.25 μm 。

载气:氮气(纯度99.999%);柱头压:100 kPa。

进口温度:260℃。

进样量:1 μL,不分流。

柱温程序:80℃保持1 min,以25℃/min速度升至200℃,于200℃保持6 min,再以25℃/min的速度升至280℃并保持2 min。

EI源电子轰击能:70 eV。

检测气温度:200℃。

接口温度:250℃

质量扫描范围:60 AMU~400 AMU。

溶解延迟:12 min。

检测用西马特罗三甲基硅烷衍生物的特征质谱峰: $m/Z=72,219,186,276$ 。

7.4.2 定性定量方法

7.4.2.1 定性方法:样品与标准品保留时间的相对偏差不大于0.5%。特征离子基峰百分数与标准品相差不大于20%。

7.4.2.2 定量方法:选择离子监测(SIM)法计算峰面积,标准工作液和样品溶液中西马特罗响应值均应在仪器线性范围内。如果浓度过高,需适当稀释。对标准工作液和样品溶液等体积参插进样测定。外标法定量。

8 分析结果的计算

饲料中西马特罗的含量X,以质量分数(μg/g)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{A_s}{A_{st}} \times C \times \frac{V_0}{m} \times \frac{V_1}{V_2} \times n \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_s ——试样溶液峰面积响应值;

A_{st} ——标准溶液峰面积响应值;

C ——标准溶液浓度,单位为微克每升(μg/mL);

V_0 ——提取溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

V_1 ——定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——从试样溶液中分取体积,单位为毫升(mL)。

n ——稀释倍数。

计算结果保留三位有效数字。

9 允许差

取平均测定结果的算术平均值为测定结果,两个平行测定的相对偏差不大于20%。