

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4811—2017

### 进出口食用动物艾玛菌素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of emamectin benzoate residues in live animal for import  
and export—LC-MS/MS method

2017-07-21 发布

2018-03-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、深圳市检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：陈兵、肖陈贵、林彦星、胡运发、沈金灿、刘建利、陈沛金、孙洁、杨俊兴、秦智锋、花群义、卢体康。

# 进出口食用动物艾玛菌素残留量的测定

## 液相色谱-质谱/质谱法

### 1 范围

本标准规定了猪、牛、羊、鸡、鸭、鹅等进出口食用动物中艾玛菌素药物残留量的液相色谱-质谱/质谱检测和确证方法。

本标准适用于猪、牛、羊、鸡、鸭、鹅的血液以及猪、牛、羊尿液中艾玛菌素药物残留量的测定。

本标准适用于出入境检验检疫工作。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 方法提要

试样中艾玛菌素药物残留用乙腈提取,经无水硫酸镁及  $C_{18}$  萃取净化,液相色谱-质谱/质谱仪测定,外标法定量。

### 4 试剂材料

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 甲酸:色谱纯。

4.3 净化填料:500 mg 硫酸镁与 100 mg  $C_{18}$  粉末的混合物。

4.4 0.1%甲酸水溶液:取 1 mL 甲酸(4.2)用去离子水定容到 1 000 mL,摇匀。

4.5 0.1%甲酸乙腈溶液:取 1 mL 甲酸(4.2)用乙腈(4.1)定容到 1 000 mL,摇匀。

4.6 标准曲线定溶液:取 50 mL 0.1%甲酸水溶液(4.4)和 50 mL 0.1%甲酸乙腈溶液(4.5)混合,摇匀。

4.7 标准物质:艾玛菌素(Emamectin Benzoate),纯度 $\geq 99.4\%$ (艾玛菌素的基本信息见附录 A)。

4.8 标准储备溶液:100 mg/L。准确称取适量的艾玛菌素(4.7),用乙腈配制成浓度为 100 mg/L 的艾玛菌素标准储备溶液。

4.9 标准工作溶液:吸取适量的标准储备溶液(4.8),用标准曲线定溶液(4.6)配制成不同浓度系列的标准工作溶液(现用现配)。

4.10 微孔滤膜:0.22  $\mu\text{m}$  有机膜。

### 5 仪器和设备

5.1 液相色谱-质谱/质谱仪:配有电喷雾离子源(ESI)。

5.2 高速组织匀浆机。

5.3 旋涡混匀器。

5.4 分析天平:感量 0.000 1 g、0.001 g 和 0.1 g。

5.5 移液器:量程 10  $\mu\text{L}$ ~100  $\mu\text{L}$ 、100  $\mu\text{L}$ ~1 000  $\mu\text{L}$  和 1 000  $\mu\text{L}$ ~5 000  $\mu\text{L}$ 。

5.6 聚丙烯离心管:50 mL 和 15 mL,具塞。

5.7 离心机:转速不低于 5 000 r/min。

6 试样制备与保存

血浆:将新鲜血液采集后加入含抗凝剂的试管中,混匀,5 000 r/min 离心 10 min(温度低于 10  $^{\circ}\text{C}$ ),取上层血浆;尿液:5 000 r/min 离心去除沉淀物,取上清液备用。

血浆、尿液试样均分为 2 份,装入洁净容器,密封,并标明标记,于-18  $^{\circ}\text{C}$  以下冷冻存放。

在制样操作过程中,应防止样品被污染或残留物含量发生变化。

7 测定步骤

7.1 提取

吸取 5 mL 试样于 50 mL 聚丙烯离心管中,加入 20 mL 乙腈(4.1),漩涡混匀 1 min,超声提取 20 min,5 000 r/min 离心 5 min,将提取液转移至另一离心管中,待净化。

7.2 净化

吸取 5 mL 提取液至装有净化填料(4.3)的 15 mL 离心管中,漩涡混匀 1 min,5 000 r/min 离心 5 min,取上层溶液过 0.22  $\mu\text{m}$  有机滤膜,液相色谱-质谱/质谱仪测定。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱条件

液相色谱条件如下:

- a) 色谱柱: $\text{C}_{18}$  柱,2.1 $\times$ 100 mm,2.7  $\mu\text{m}$ ,或相当者;
- b) 流动相及梯度洗脱条件见表 1。
- c) 柱温:40  $^{\circ}\text{C}$ ;
- d) 进样量:10  $\mu\text{L}$ ;
- e) 流速:0.3 mL/min。

表 1 流动相及梯度洗脱条件

时间 min	0.1%甲酸水溶液 %	0.1%甲酸乙腈溶液 %
0	50	50
5.0	5	95
6.0	5	95
6.1	50	50
10.0	50	50



7.3.2 质谱条件

参见附录 B。

7.3.3 液相色谱-质谱/质谱测定

7.3.3.1 定性测定

在相同实验条件下,样品中待测物质的保留时间,与基质标准溶液的保留时间偏差在±2.5%之内;化合物的质谱定性离子至少应包括一个母离子和两个子离子,且定性离子的相对丰度与浓度相当的标准溶液相比,其允许偏差不超过表 2 规定的范围。

表 2 定性时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%~50%	>10%~20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

7.3.3.2 定量测定

根据样液中化合物含量情况,选定峰面积相近的标准工作溶液,标准工作溶液和样液中化合物的响应值均应在仪器检测的线性范围内,以外标法定量。标准工作溶液和样液应等体积参插进样测定。标准溶液的选择反应监测色谱图参见附录 C 中图 C.1。

7.4 空白实验

除不加试样外,按上述测定步骤进行。

7.5 结果计算和表述

试样中艾玛菌素残留量可用数据处理系统按外标法自动计算,也可按式(1)计算残留量:

$$X = c \times \frac{V}{m} \times \frac{1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X ——样品中化合物残留量,单位为微克每升(μg/L);
- c ——由标准工作曲线得到的试样溶液中化合物含量,单位为微克每升(μg/L);
- V ——样品的最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——样品溶液所代表的试样体积,单位为毫升(mL)。

8 测定低限和回收率

8.1 测定低限

本方法所有基质中艾玛菌素测定低限均为 0.5 μg/L。

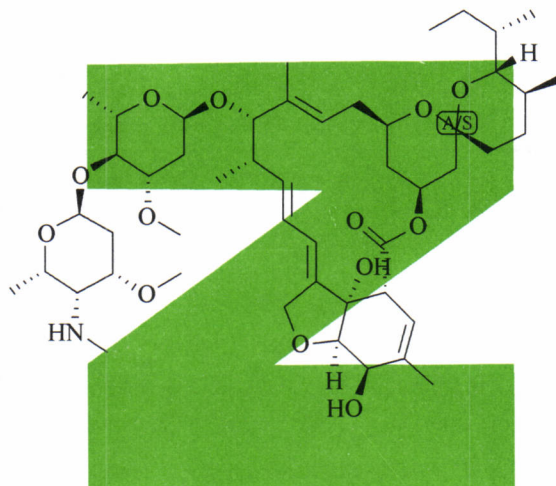
8.2 回收率

添加浓度水平分别为 0.5 μg/L、1.0 μg/L 和 2.0 μg/L 时,不同基质中艾玛菌素回收率数据参见附录 D。

附录 A  
(资料性附录)  
艾玛菌素的基本信息

艾玛菌素:英文名 Emamectin benzoate;分子式  $C_{56}H_{81}NO_{15}$ ;相对分子质量:1008.24;CAS 号:155569-91-8。

艾玛菌素化学结构:



附 录 B  
(资料性附录)  
参考质谱条件

参考质谱条件如下：

- a) 离子源：电喷雾离子源(ESI)；
- b) 扫描方式：正离子扫描；
- c) 检测方式：选择反应监测(SRM)；
- d) 电喷雾电压(IS)：4 500 V；
- e) 气帘气压力(CUR)：137.9 kPa(20 psi)；
- f) 离子源温度(TEM)：500 ℃；
- g) 雾化气压力(GS1)：275.8 kPa(40 psi)；
- h) 辅助气压力(GS2)：448.2 kPa(65 psi)。
- i) 其他质谱参数见表 B.1。

表 B.1 艾玛菌素测定的质谱参数

化合物	母离子	子离子	驻留时间 ms	去簇电压 eV	出口电压 eV	碰撞气能量 eV	碰撞室出口电压 eV
艾玛菌素	886.6	158.1 <sup>a</sup>	100	80	10	40	8
		302.4	100	80	10	41	8
<sup>a</sup> 为定量离子,对于不同质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应将质谱参数优化到最佳。							

附录 C  
(资料性附录)  
选择反应监测色谱图

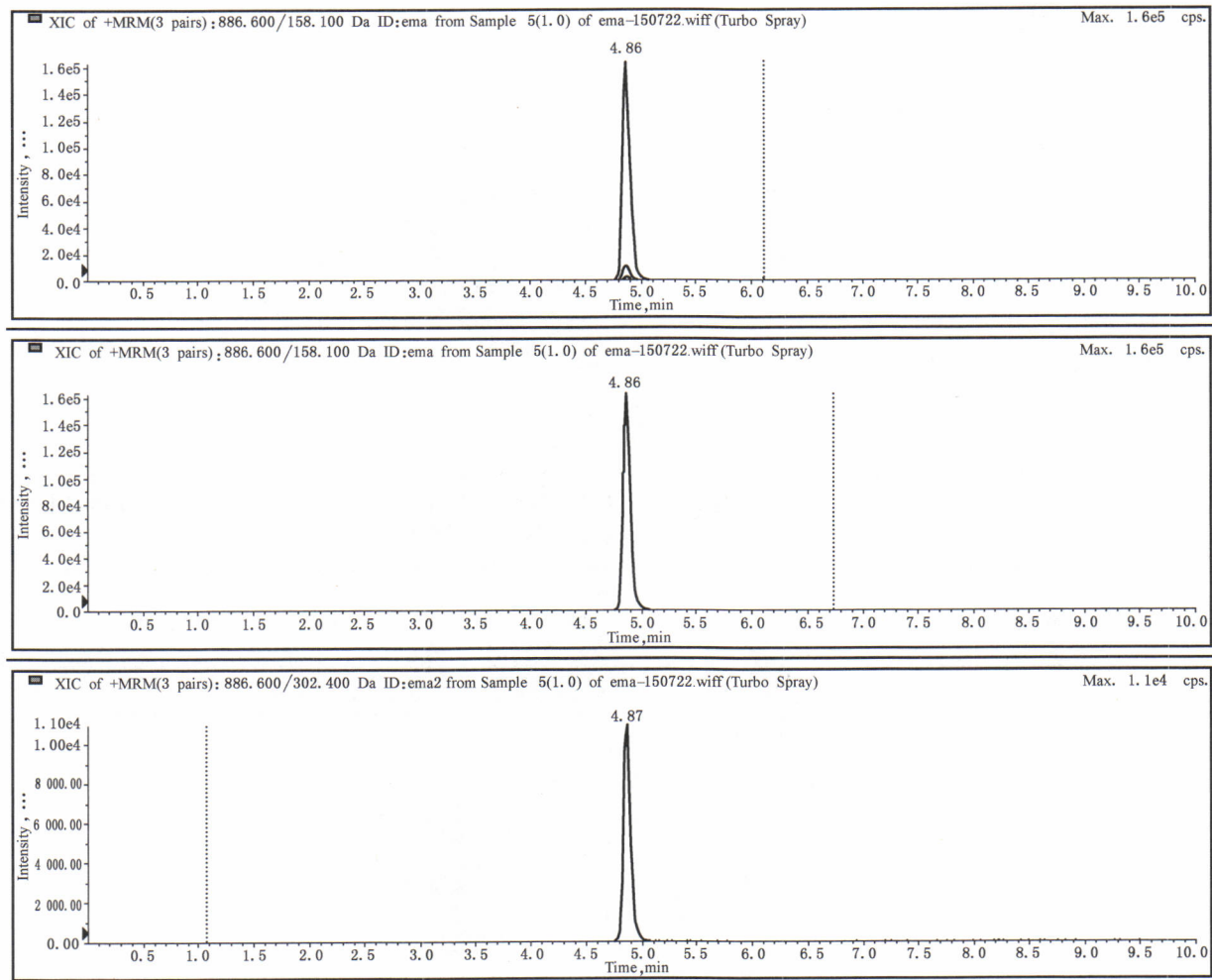


图 C.1 艾玛菌素标准溶液的选择反应监测(SRM)色谱图



附 录 D  
(资料性附录)

艾玛菌素样品的添加浓度及回收率数据

表 D.1 艾玛菌素样品的添加浓度及回收率数据

化合物	基质	添加水平 $\mu\text{g/L}$	回收率范围 %
艾玛菌素	鸡血	0.50	91.2~104
		1.00	89.7~102
		2.00	85.4~106
	牛血	0.50	82.7~106
		1.00	80.3~94.2
		2.00	80.2~97.9
	牛尿	0.50	85.6~99.2
		1.00	85.7~104
		2.00	78.4~92.2
	猪尿	0.50	81.4~98.5
		1.00	81.6~98.1
		2.00	88.1~99.8
	鸭血	0.50	82.5~99.3
		1.00	83.4~89.2
		2.00	82.0~96.8
	鹅血	0.50	83.9~95.9
		1.00	87.3~97.5
		2.00	80.4~99.5
	猪血	0.50	82.1~94.6
		1.00	81.6~92.7
		2.00	91.3~99.8
	羊血	0.50	83.7~99.1
		1.00	87.3~96.6
		2.00	80.2~93.9
	羊尿	0.50	84.3~96.0
		1.00	83.7~98.9
		2.00	82.4~96.2

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
进出口食用动物艾玛菌素残留量的测定  
液相色谱-质谱/质谱法  
SN/T 4811—2017

\*

中国标准出版社出版  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
总编室:(010)68533533  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字  
2018年6月第一版 2018年6月第一次印刷  
印数 1—500

\*

书号: 155066 • 2-33293 定价 16.00 元



SN/T 4811—2017