

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3649—2013

饲料中氟喹诺酮类药物含量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of fluoroquinolones in feedstuff—
LC-MS/MS method

2013-08-30 发布

2014-03-01 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：吴映璇、林峰、林海丹、邵琳智。

饲料中氟喹诺酮类药物含量的检测方法

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了饲料中恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、单诺沙星、麻保沙星、沙拉沙星、司帕沙星、双氟沙星、奥比沙星、氟罗沙星、洛美沙星和依诺沙星的制样、液相色谱-质谱/质谱方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、单诺沙星、麻保沙星、沙拉沙星、司帕沙星、双氟沙星、奥比沙星、氟罗沙星、洛美沙星和依诺沙星的检测。

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

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 样品制备

按 GB/T 14699.1 规定,取有代表性的样品,四分法缩减至约 200 g,经粉碎,全部过 1 mm 孔筛,混匀装入磨口瓶中备用。制样操作过程中应防止样品受到污染。

4 方法提要

饲料中氟喹诺酮类药物用 N,N-二甲基甲酰胺-0.1 mol/L 盐酸溶液提取,提取液经 Oasis HLB 固相萃取小柱净化,液相色谱-质谱/质谱法测定,外标法定量。

5 试剂和材料

除特别规定外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 5.1 乙腈:HPLC 级。
- 5.2 甲醇:HPLC 级。
- 5.3 N,N-二甲基甲酰胺。
- 5.4 盐酸。
- 5.5 25%氨水。
- 5.6 甲酸:HPLC 级(纯度 $\geq 98\%$)。
- 5.7 0.1 mol/L 盐酸溶液:移取 8.3 mL 盐酸(5.4)至 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀备用。
- 5.8 20%甲醇溶液:移取 20 mL 甲醇(5.2)至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀备用。
- 5.9 氨水-甲醇溶液(1+9):吸取 10 mL 25%氨水(5.5)与 90 mL 甲醇(5.2)混合。