

中兽药散剂中 4 种喹诺酮类药物的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of four quinolones in chinese veterinary medicine powder by liquid chromatography tandem mass spectrometry

地方标准信息服务平台

2018 - 05 - 17 发布

2018 - 06 - 17 实施

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省畜牧兽医局提出。

本标准由山东省畜牧业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：青岛农业大学、中国农业大学。

本标准主要起草人：郝智慧、魏秀丽、邱梅、唐启和、翟冰、孙京新、徐坤、袁玉清、张瑞丽、黄亭亭、王苹苹。

地方标准信息服务平台

中兽药散剂中 4 种喹诺酮类药物的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了中兽药散剂中喹诺酮类药物含量测定的液相色谱-串联质谱法（LC-MS/MS）。

本标准适用于止痢散、四黄止痢颗粒、白头翁散、苍术香连散、扶正解毒散和黄连解毒散中盐酸洛美沙星、甲磺酸培氟沙星、盐酸左氧氟沙星、烟酸诺氟沙星含量的测定。

本标准检测限为 $0.06 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为 $0.2 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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，仅所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 原理

用甲酸乙腈溶液提取中草药散剂中的喹诺酮类药物，蒸干、复溶、过滤，用液相色谱-串联质谱法测定，外标法定量。

4 试剂或材料

除非另有规定，所有试剂均为分析纯，水符合GB/T 6682中一级水的规定。

4.1 甲酸：高效液相色谱纯。

4.2 乙腈：色谱纯。

4.3 0.2%甲酸水溶液：移取甲酸（4.1）2 mL，加水定容至1000 mL，混匀。

4.4 0.2%甲酸乙腈溶液：移取0.2 mL甲酸（4.1），以乙腈（4.2）定容至100 mL，混匀。

4.5 0.2%甲酸-乙腈溶液：量取10 mL 0.2%甲酸水溶液（4.3）于90 mL乙腈（4.2）中，混匀。

4.6 盐酸洛美沙星对照品。

4.7 甲磺酸培氟沙星对照品。

4.8 盐酸左氧氟沙星对照品。

4.9 烟酸诺氟沙星对照品。

4.10 标准储备液（100.0 mg/L）：分别精密称取盐酸洛美沙星（4.6）、甲磺酸培氟沙星（4.7）、盐酸左氧氟沙星（4.8）、烟酸诺氟沙星对照品（4.9）各约1.0 mg（精确到0.01 mg），用乙腈溶解并稀释成浓度为100.0 mg/L的标准储备液。2℃~8℃，有效期为3个月。

4.11 混合标准液（1.0 mg/L）：分别准确量取4种喹诺酮类药物单个标准储备液（4.10）各1 mL置于100 mL容量瓶中，用乙腈稀释定容至100 mL。现配现用。

4.12 有机微孔滤膜：0.22 μm 。