

## 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3479—2019

### 饲料中氢溴酸常山酮的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of halofuginone hydrobromide in feeds—  
Liquid chromatography–tandem mass spectrometry

行业标准信息服务平台

2019-08-01 发布

2019-11-01 实施



中华人民共和国农业农村部 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。

本标准由农业农村部畜牧兽医局提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本标准起草单位:辽宁省兽药饲料畜产品质量安全检测中心。

本标准主要起草人:王丽娜、田晓玲、刘凯、张明、张秀芹、李欣南、李永才、刘笑、陈玉艳、张天姝。

行业标准信息服务平台

# 饲料中氢溴酸常山酮的测定

## 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了饲料中氢溴酸常山酮含量测定的液相色谱-串联质谱法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和添加剂预混合饲料中氢溴酸常山酮的测定。

本标准的检出限为 25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为 50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 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。凡是注明日期的引用文件，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 20195 动物饲料 试样的制备

### 3 原理

试样用乙腈提取，经过除脂净化后用液相色谱-串联质谱法测定，内标法定量。

### 4 试剂或材料

除非另有规定，本方法仅用分析纯试剂。

- 4.1 水:GB/T 6682,一级。
- 4.2 乙腈:色谱纯。
- 4.3 甲醇:色谱纯。
- 4.4 正己烷。
- 4.5 50%甲醇溶液:量取甲醇 50 mL 加水至 100 mL,混匀。
- 4.6 0.1%甲酸溶液:量取甲酸 1 mL 加入 999 mL 水,混匀。
- 4.7 氢溴酸常山酮储备溶液(200  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):准确称取氢溴酸常山酮标准品(CAS号:64924-67-0,纯度 $\geq 99.0\%$ )10 mg(精确至 0.000 01 g)至 50 mL 容量瓶中,用 50%甲醇溶液溶解并定容至刻度,摇匀。2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 下保存,有效期为 3 个月。
- 4.8 氢溴酸常山酮- $^{13}\text{C}_6$ 内标储备溶液(200  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):准确称取氢溴酸常山酮- $^{13}\text{C}_6$ 内标标准品 10 mg(精确至 0.000 01 g),至 50 mL 容量瓶中,用 50%甲醇溶液溶解并定容至刻度,摇匀。2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 下保存,有效期为 3 个月。
- 4.9 氢溴酸常山酮标准中间溶液(10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):准确吸取 5 mL 的标准储备溶液(4.7),至 100 mL 容量瓶中,用 50%甲醇溶液稀释并定容至刻度,摇匀。临用现配。
- 4.10 氢溴酸常山酮- $^{13}\text{C}_6$ 内标中间溶液(1 000 ng/mL):准确吸取 250  $\mu\text{L}$  氢溴酸常山酮- $^{13}\text{C}_6$ 内标储备溶液(4.8),至 50 mL 容量瓶中,用 50%甲醇溶液稀释并定容至刻度,摇匀。临用现配。
- 4.11 标准曲线的配制:准确吸取氢溴酸常山酮标准中间溶液(4.9)和内标中间溶液(4.10)适量,用 50%甲醇溶液(4.5)稀释配制成氢溴酸常山酮浓度为 20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、300 ng/mL 的标准工作溶液,内标浓度均为 50 ng/mL。临用现配。
- 4.12 微孔滤膜:孔径 0.22  $\mu\text{m}$ ,有机相。

### 5 仪器设备

- 5.1 液相色谱-串联质谱仪:配电喷雾离子源。