

中华人民共和国国家标准

农业部 2086 号公告—6—2014

饲料中硫酸黏杆菌素的测定 液相色谱—串联质谱法

**Determination of colistin sulfate in feeds—
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry**

2014-04-01 发布

2014-07-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部畜牧业司提出。

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:中国农业大学动物医学院。

本标准主要起草人:肖希龙、汤树生、毕延峰、程林丽、张素霞、沈建忠。

饲料中硫酸黏杆菌素的测定 液相色谱—串联质谱法

1 范围

本标准规定了饲料中硫酸黏杆菌素含量测定的液相色谱—串联质谱方法。
本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料中硫酸黏杆菌素含量的测定。
本方法硫酸黏杆菌素的检测限为 0.01 mg/kg, 定量限为 0.03 mg/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

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 方法提要

饲料中的硫酸黏杆菌素经三氯乙酸溶液提取, 同时用乙酸铅沉淀蛋白, 再经 HLB 固相萃取柱净化, 浓缩后采用液相色谱—串联质谱法检测, 外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

- 4.1 硫酸黏杆菌素标准品(Colistin Sulfate): 纯度 $\geq 97\%$ 。
- 4.2 乙腈: 色谱纯。
- 4.3 甲醇: 色谱纯。
- 4.4 甲酸: 分析纯(样品前处理用)和色谱纯(仪器检测时配流动相用)。
- 4.5 三氯乙酸。
- 4.6 乙酸铅。
- 4.7 2%和 4%三氯乙酸溶液: 分别准确称取 20 g 和 40 g 三氯乙酸(4.5), 分别用水溶解至 1 000 mL。
- 4.8 4%乙酸铅溶液: 准确称取 40 g 乙酸铅(4.6), 用水溶解至 1 000 mL。
- 4.9 0.1%甲酸水溶液: 准确量取 1 mL 分析纯的甲酸(4.4), 用水稀释至 1 000 mL。
- 4.10 硫酸黏杆菌素标准储备液(1 mg/mL): 准确称取硫酸黏杆菌素标准品(4.1) 10 mg(精确到 0.000 1 g), 用 0.1%甲酸水溶液(4.9)溶解定容到 10 mL, 4℃保存, 有效期 6 个月。
- 4.11 硫酸黏杆菌素标准储备液 I (100 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 准确量取适量的 1 mg/mL 标准储备液(4.10), 用 0.1%甲酸水溶液(4.9)稀释成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液, 4℃保存, 有效期 6 个月。
- 4.12 硫酸黏杆菌素标准储备液 II (10 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 准确量取适量的 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液(4.11), 用 0.1%甲酸水溶液(4.9)稀释成 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的系列硫酸黏杆菌素标准溶液, 4℃保存, 有效期 6 个月。

5 仪器和设备

- 5.1 超高效液相色谱—串联质谱联用仪: 带电喷雾离子源。