



中华人民共和国国家标准

GB/T 21995—2008

饲料中硝基咪唑类药物的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of nitroimidazoles in feeds—
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry method

2008-06-17 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

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：沈建忠、张素霞、程林丽、肖希龙、李晓薇、曹兴元、王战辉。

饲料中硝基咪唑类药物的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了饲料中硝基咪唑类药物含量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和预混合饲料中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝唑和替硝唑含量的测定。

本标准的检测限:饲料中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝唑和替硝唑均为 $8 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

本标准的定量限:饲料中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝唑和替硝唑均为 $25 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 方法原理

用乙酸乙酯提取试样中的硝基咪唑类药物,浓缩至近干后,溶解于 0.1 mol/L 磷酸中,经正己烷液液分配和 MCX 固相萃取柱净化,用液相色谱-串联质谱法测定,以色谱保留时间和质谱碎片离子共同定性,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 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 乙酸乙酯。

4.4 磷酸。

4.5 正己烷。

4.6 甲酸:色谱纯。

4.7 MCX 固相萃取柱:规格为 60 mg 。

4.8 微孔滤膜:规格为 $0.2 \mu\text{m}$ 。

4.9 甲硝唑(metronidazole):纯度 $\geq 98\%$ 。

4.10 洛硝哒唑(ronidazole):纯度 $\geq 98\%$ 。

4.11 二甲硝唑(dimetridazole):纯度 $\geq 98\%$ 。

4.12 替硝唑(tinidazole):纯度 $\geq 98\%$ 。

4.13 磷酸溶液(0.1 mol/L):取 3.4 mL 磷酸于 1 L 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。

4.14 固相萃取柱淋洗液:氨水+水+甲醇= $0.2+10+0.2$ 。