

# 中华人民共和国农业部公告

第 2494 号

根据《兽药管理条例》，我部组织制定了鱼腥草注射液中非法添加庆大霉素检查方法标准，现予发布，自发布之日起执行。

特此公告。

附件：鱼腥草注射液中非法添加庆大霉素检查方法



## 附件

# 鱼腥草注射液中非法添加庆大霉素检查方法

### 1 适用范围

1.1 本方法适用于鱼腥草注射液中非法添加庆大霉素的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加庆大霉素检查时，需进行空白试验和检测限测定。

### 2 检查方法

按照高效液相色谱法-串联质谱法（《中国兽药典》一部附录 0431 质谱法、0512 高效液相色谱法）测定。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.1%甲酸乙腈溶液-0.1%甲酸水溶液（10:90）为流动相；流速为 0.3ml/min；柱温 30℃。

质谱条件 扫描方式为电喷雾源正离子扫描；检测方式为多反应监测；毛细管电压 3.2KV；源温 110℃；雾化温度 350℃；雾化气流速为每小时 650 L；锥孔气流速为每小时 50L；碰撞气为氩气。

表 1 定性、定量离子对及锥孔电压和碰撞能量表

药物名称	定性离子对 (m/z)	定量离子对 (m/z)	锥孔电压 (V)	碰撞能量 (eV)
庆大霉素 C <sub>1</sub>	478.6>157.1	478.6>157.1	60	22
	478.6>322.1		60	15

测定法 取供试品 1.0ml，置刻度管中，加 5mmol/L 七氟丁酸酐溶液稀释至 10ml，摇匀；取 200μl，置刻度管中，加 5mmol/L 七氟丁酸酐溶液稀释至 10ml，摇匀；过 0.22μm 滤膜，即得。必要时，可用 5mmol/L 七氟丁酸酐溶液进行逐级稀释。取庆大霉素对照品适量（相当于庆大霉素 C<sub>1</sub>10.0mg），置 10ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，制成 1mg/ml（以庆大霉素 C<sub>1</sub>计）的标准储备液，取标准储备液适量，用 5mmol/L 七氟丁酸酐溶液制成每 1ml 中含 1μg 的溶液，作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 10μl 注入液相色谱-串联质谱仪，记录特征离子质量色谱图。必要时，可调整供试品溶液或对照品溶液的浓度，使两者峰面积近似。

### 3 结果判定

3.1 试剂空白溶液和供试品空白溶液不出现与对照品溶液相同的特征离子峰。

3.2 特征离子色谱峰的信噪比都在 3:1 以上。

3.3 供试品溶液色谱图中如出现与相应对照品保留时间一致的峰（相对偏差小于等于±2.5%），定性离子对与对照品一致（参见表 1），特征离子丰度比与对照品溶液的一致（偏

差符合表 2 要求), 按峰面积计算供试品中庆大霉素 C<sub>1</sub> 的浓度, 如大于等于 0.15g/L, 判定为检出庆大霉素。

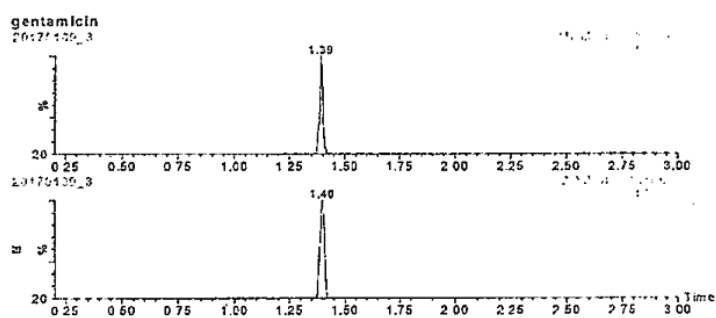
表 2 离子丰度比的最大允许偏差

相对丰度(%)	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差(%)	±20	±25	±30	±50

#### 4 检测限

本方法检测限为 0.15g/L。

附图



1μg/ml 庆大霉素 C<sub>1</sub> 对照品溶液特征离子质量色谱图