

# T/NAASS

宁夏回族自治区农学会团体标准

T/NAASS 045—2022

## 硫氰酸红霉素中丙酮溶剂残留量的测定 气相色谱法

Determination of acetone solvent residue in erythromycin thiocyanate powder  
Gas chromatography

2022 - 12 - 28 发布

2023 - 01 - 31 实施

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

专利免责声明：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专利的责任。

本文件由宁夏回族自治区农业农村厅提出。

本文件由宁夏回族自治区农学会归口。

本文件由团体成员约定采用或按本团体规定供社会自愿采用。

本文件起草单位：宁夏兽药饲料监察所、宁夏泰益欣生物科技有限公司、宁夏泰瑞制药股份有限公司。

本文件主要起草人：刘维华、马春芳、杨文亮、于荣、管金富、张慧宁、吴春燕、孔祥明、卜宁霞、陈娟、杨俊华、李永琴、李昕、黄龙、谭倩、崔生玲、张雯、邓亚婷、陈建蓉、马岩。

# 硫氰酸红霉素中丙酮溶剂残留量的测定 气相色谱法

## 1 范围

本文件规定了硫氰酸红霉素中丙酮溶剂残留的气相色谱检测方法。  
本文件适用于硫氰酸红霉素中丙酮溶剂残留量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

《中国兽药典》（2020年版二部）附录0816：残留溶剂测定法指导原则

## 3 原理

用带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪对硫氰酸红霉素中丙酮溶剂进行分离、分析、测定，外标法定量。

## 4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器，顶空进样器
- 4.2 电子天平：感量 0.0001 g
- 4.3 容量瓶：25 mL、50 mL
- 4.4 移液管：1 mL、5 mL
- 4.5 顶空瓶：20 mL

## 5 试剂

5.1 丙酮（ $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ），色谱纯

### 5.2 对照品溶液

准确称取丙酮0.25 g（精确至0.0001 g），置25 mL容量瓶中，加水溶解稀释至刻度，摇匀，再准确量取1.00 mL，置50 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，再迅速准确量取5.00 mL置20 mL顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。

## 6 测定

### 6.1 色谱条件

- a) 色谱柱：固定液为6 %氰丙基苯-94 %二甲基硅氧烷的毛细管柱（30 m×530  $\mu\text{m}$ ，3.0  $\mu\text{m}$ ），除另有规定外，极性相近具有同等分离效果色谱柱之间可以互换使用；
- b) 载气：氮气（纯度>99.999 %）；
- c) 载气流速：5 mL/min；
- d) 分流比：20:1；
- e) 柱温：初始温度：40  $^{\circ}\text{C}$ ，初始温度下保留5 min，以30  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至200  $^{\circ}\text{C}$ ，并在200  $^{\circ}\text{C}$ 保持2.67 min；
- f) 进样口温度：200  $^{\circ}\text{C}$ ；
- g) 检测器：氢火焰离子化检测器（FID），温度250  $^{\circ}\text{C}$ 。

### 6.2 顶空进样器条件

- a) 平衡温度为80 ℃；
- b) 定量管温度100 ℃；
- c) 传输线温度110 ℃，温度到达时顶空瓶平衡30 min；
- d) 进样量1 mL；
- e) 取样间隔28 min；
- f) 顶空瓶振摇方式：关闭。

### 6.3 测定方法

6.3.1 准确称取供试品 1 g（精确至 0.0001 g），置于 25 mL 容量瓶中，加水溶解稀释至刻度，摇匀，再迅速准确量取 5.00 mL，置顶空瓶中，密封，作为供试品溶液。

6.3.2 分别将对照品溶液、供试品溶液在顶空进样器中平衡 30 min 后注入气相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

### 6.4 结果计算

供试品中溶剂残留含量按公式（1）计算：

$$X = \frac{A_x \times C_R \times 25}{A_R \times m \times 5} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X$  为供试品中溶剂残留丙酮的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$A_x$  为供试品溶液中丙酮的峰面积或峰高；

$C_R$  为对照品溶液的浓度，ug/mL；

25 为供试品定容体积，mL；

$A_R$  为对照品溶液在丙酮的峰面积或峰高；

$m$  为供试品的称量质量，g。

5 为供试品溶液转入顶空瓶的体积，mL。

注1：由于静态顶空进样时，抽取的是处于气态平衡的顶空气，所以每个顶空瓶只能取样一次；供试品必须放入2（n）个顶空瓶中，以保证2（n）次进样的要求。

注2：应根据供试品残留溶剂的沸点选择顶空温度。对沸点较高的残留溶剂，通常选择较高的顶空平衡温度；但此时应兼顾供试品的热分解特性，尽量避免供试品产生的挥发性热分解产物对测定的干扰。

注3：顶空平衡时间一般为30 min~45 min，以保证供试品溶液的气、液两相有足够的时间达到平衡。顶空时间通常不宜过长，如超过60 min，可能引起顶空瓶的气密性变差，导致定量准确性的降低。

注4：对于有传输管的顶空进样器，传输管温度应适当，通常比进样针温度高10 ℃左右。

注5：对照品溶液与供试品溶液必须使用相同的顶空条件。

注6：结果保留3位有效数字。

### 7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的差值的绝对值≤50 mg/kg。

### 8 精密度

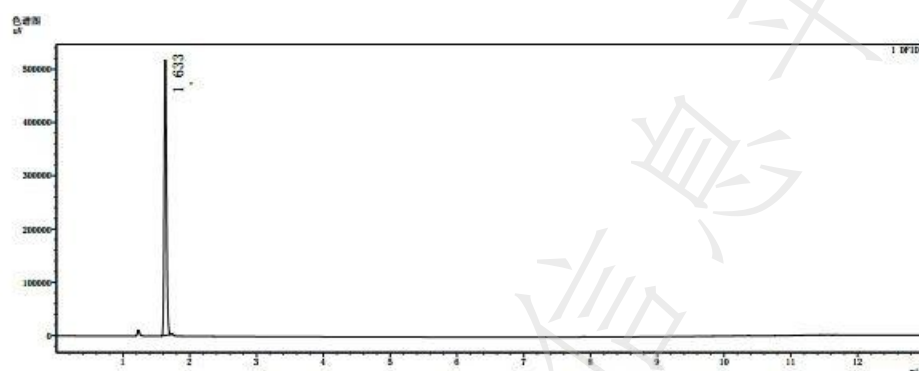
在重复性条件下，所得的丙酮含量的相对标准偏差（RSD）≤10 %。

### 9 准确度

样品的加标回收率应控制在92 %~105 %之间。

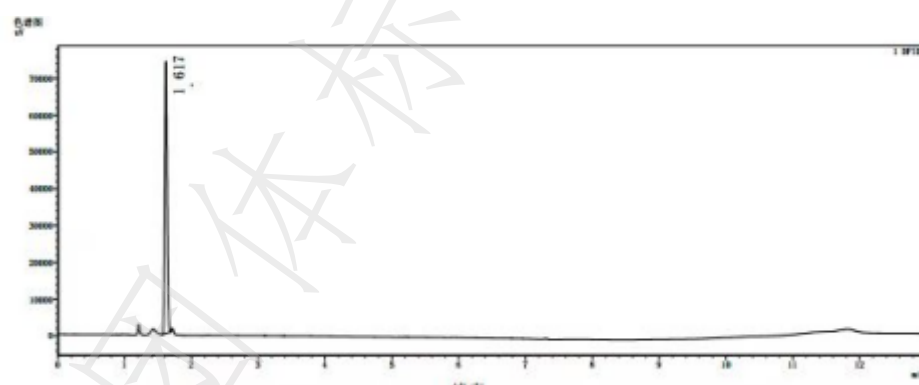
附录 A  
(资料性)  
丙酮残留气相色谱仪色谱图

A.1 丙酮对照品色谱图



图A.1 丙酮对照色谱图 (浓度 227.57ppm)

A.2 硫氰酸红霉素丙酮残留气相色谱图



图A.2 硫氰酸红霉素丙酮残留气相色谱图