



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20366—2006

---

## 动物源产品中喹诺酮类残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of quinolones in animal tissues—  
LC-MS/MS method

2006-05-25 发布

2006-09-01 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山东省质量技术监督局提出。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：林黎明、张鸿伟、梁增辉、王岩、孟兆宏。

# 动物源产品中喹诺酮类残留量的测定

## 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了动物源产品中 11 种喹诺酮类残留量液相色谱-串联质谱的测定方法。  
本标准适用于禽、兔、鱼、虾等动物源产品中 11 种喹诺酮类残留的确证和定量测定。

### 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 6379 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

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

### 3 原理

试样中喹诺酮类残留,采用甲酸-乙腈提取,提取液用正己烷净化。液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

### 4 试剂和材料

4.1 水:应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

4.2 乙腈:液相色谱级。

4.3 冰乙酸:液相色谱级。

4.4 正己烷:液相色谱级。

4.5 甲酸:优级纯。

4.6 乙腈饱和的正己烷:量取正己烷溶液 80 mL 于 100 mL 分液漏斗中,加入适量乙腈后,剧烈振摇,待分配平衡后,弃去乙腈层既得。

4.7 2%甲酸溶液:2 mL 甲酸用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.8 甲酸-乙腈溶液:98 mL 乙腈中加入 2 mL 甲酸,混匀。

4.9 伊诺沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、培氟沙星、环丙沙星、洛美沙星、丹诺沙星、恩诺沙星、沙拉沙星、双氟沙星、司帕沙星标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.10 11 种喹诺酮类标准贮备溶液:0.1 mg/mL。分别准确称取适量的每种喹诺酮标准品,用乙腈配制成 0.1 mg/mL 的标准贮备溶液(4℃保存可使用 3 个月)。

4.11 11 种喹诺酮类标准中间溶液:10  $\mu\text{g/mL}$ 。分别准确量取适量的每种喹诺酮标准贮备溶液(4.10),用乙腈稀释成 10  $\mu\text{g/mL}$  的标准中间溶液(4℃保存可使用 1 个月)。

4.12 11 种喹诺酮类混合标准工作溶液:准确量取适量的喹诺酮类标准中间溶液(4.11),用甲酸-乙腈溶液(4.8)配制成浓度系列为 5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、25.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100.0 ng/mL、250.0 ng/mL、500.0 ng/mL 的喹诺酮类混合标准工作溶液(4℃保存可使用 1 周)。

4.13 11 种喹诺酮类混合标准添加溶液:100 ng/mL。准确量取适量的喹诺酮类标准中间溶液(4.11),用乙腈稀释成 100 ng/mL 的喹诺酮类标准添加溶液(4℃保存可使用 1 周)。