



中华人民共和国国家标准

GB/T 20757—2006

蜂蜜中十四种喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of fourteen quinolone
residues in honey—
LC-MS-MS method

2006-12-31 发布

2007-03-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
蜂蜜中十四种喹诺酮类药物残留量的测定
液相色谱-串联质谱法

GB/T 20757—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2007年2月第一版

*

书号:155066·1-28945

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本标准由中华全国供销合作总社归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：庞国芳、曹彦忠、张进杰、石玉秋、贾光群、李学民、范春林、刘永明、郭彤彤。

本标准系首次发布的国家标准。

蜂蜜中十四种喹诺酮类药物残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了蜂蜜中十四种喹诺酮类药物残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于蜂蜜中十四种喹诺酮类药物残留量的测定。

本标准的方法检出限：十四种喹诺酮类药物均为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分：总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

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)

3 原理

蜂蜜中喹诺酮类药物残留用磷酸盐缓冲溶液($\text{pH}=3$)提取,过滤后,经 Oasis HLB 或相当的固相萃取柱净化,用氢氧化铵甲醇溶液洗脱并蒸干,残渣用定容液溶解,过 0.2 μm 滤膜后,样品溶液供液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 磷酸。

4.4 乙酸。

4.5 氢氧化铵。

4.6 磷酸氢二钠。

4.7 磷酸二氢钾。

4.8 磷酸盐缓冲溶液:0.05 mol/L。称取 5.68 g 磷酸氢二钠(4.6)和 1.36 g 磷酸二氢钾(4.7),放入 1 000 mL 烧杯中,加入 800 mL 水溶解,用磷酸(4.3)调至 $\text{pH}=3.0$,再用水定容至 1 000 mL。

4.9 氢氧化铵甲醇溶液:(1+19)。吸取 10 mL 氢氧化铵(4.5)与 190 mL 甲醇(4.1)混合。

4.10 定容液:乙腈+0.01 mol/L 乙酸溶液(1+4)。量取 100 mL 乙腈与 400 mL 0.01 mol/L 乙酸溶液混合。

4.11 依诺沙星、诺氟沙星、麻保沙星、氟罗沙星、环丙沙星、氧氟沙星、单诺沙星、恩诺沙星、奥比沙星、沙拉沙星、司帕沙星、双氟沙星、噁喹酸、氟甲喹标准物质:纯度 $\geq 95\%$ 。