



中华人民共和国国家标准

GB/T 23412—2009

蜂蜜中 19 种喹诺酮类药物残留量的 测定方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of residues of 19 quinolones in honey—
LC-MS/MS method

2009-03-28 发布

2009-07-01 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、附录 B、附录 C 和附录 D 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：沈崇钰、陈惠兰、丁涛、张晓燕、刘艳、张婧、黄娟、蒋原、陶宏锦、沈东旭。

蜂蜜中 19 种喹诺酮类药物残留量的 测定方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了蜂蜜中恩诺沙星(简称 ENR,下同),环丙沙星(简称 CIP,下同),诺氟沙星(简称 NOR,下同),氧氟沙星(简称 OFL,下同),双氟沙星(简称 DIF,下同),噁喹酸(简称 OXO,下同)、氟甲喹(简称 FLU,下同),沙拉沙星(简称 SAR,下同),司帕沙星(简称 SPA,下同),丹氟沙星(简称 DAN,下同),氟罗沙星(简称 FLE,下同),马波沙星(简称 MAR,下同),伊诺沙星(简称 ENO,下同),奥比沙星(简称 ORB,下同),吡哌酸(简称 PIP,下同),培氟沙星(简称 PEF,下同),洛美沙星(简称 LOM,下同),西诺沙星(简称 CIN,下同)和萘啶酸(简称 NAL,下同)19 种喹诺酮残留量的液相色谱-质谱/质谱的测定方法。上述 19 种喹诺酮类药物中英文名称、结构式、CAS 号和相对分子质量参见附录 A。

本标准适用于蜂蜜中喹诺酮类残留量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 方法提要

试样加入内标后,氢氧化钠溶液溶解蜂蜜样品,离子化的喹诺酮类残留物经过阴离子交换固相萃取柱富集净化,用液相色谱-质谱/质谱法测定,梯度洗脱,内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 甲醇:HPLC 级。
- 4.2 氢氧化钠。
- 4.3 甲酸(85%)。
- 4.4 阴离子交换柱(PAX):60 mg,3 mL,或相当者。
- 4.5 同位素内标:NOR-D₅:纯度≥98%。
- 4.6 ENR、CIP、NOR、OFL、DIF·HCl、SAR·HCl、SPA、DAN、OXO、FLU、FLE、MAR、ENO、ORB、PIP、PEF、LOM、CIN 和 NAL 标准品:纯度≥99%。
- 4.7 喹诺酮类标准储备溶液:1 mg/mL。准确称取适量的喹诺酮类标准品(4.6),用甲醇(4.1)配成 1.0 mg/mL 的标准储备液。储备液贮存在 4 ℃冰箱中,可保存 6 个月。
- 4.8 氘代诺氟沙星(NOR-D₅)内标储备溶液:100 μg/mL。称取适量的 NOR-D₅ 内标物(4.5),用甲醇(4.1)配成 100 μg/mL 储备液,储备液贮存在 4 ℃冰箱中。
- 4.9 氘代诺氟沙星(NOR-D₅)内标工作溶液:1 μg/mL。取适量内标储备液(4.8)用甲醇(4.1)稀释成 1 μg/mL 工作溶液,内标工作溶液在 4 ℃保存。
- 4.10 喹诺酮类标准工作溶液:用甲醇-水(2+8,体积比)分别配成浓度范围为 1 ng/mL~60 ng/mL 标