



中华人民共和国国家标准

GB/T 23406—2009

肠衣中硝基咪唑类药物及其代谢物 残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of residues of nitroimidazoles and their metabolites in casing—
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：陈惠兰、丁涛、沈崇钰、张晓燕、杨雯箐、张玲、蔡宝亮、蒋原、陶宏锦。

肠衣中硝基咪唑类药物及其代谢物 残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了肠衣中甲硝唑(简称 MNZ,下同)及其代谢物 1-(2-羟乙基)-2-羟甲基-5-硝基咪唑(简称 MNZOH,下同),二甲硝唑(简称 DMZ,下同)及其代谢物 2-羟甲基-1-甲基-5-硝基咪唑(简称 HMMNI,下同),异丙硝唑(简称 IPZ,下同)及其代谢物 2-(2-羟异丙基)-1-甲基-5-硝基咪唑(简称 IPZOH),洛硝哒唑(简称 RNZ,下同)残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。上述硝基咪唑类药物中英文名称、结构式、CAS 号和相对分子质量参见附录 A。

本标准适用于肠衣中硝基咪唑类药物及其代谢物残留量的测定。

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

试样加入相应内标后用乙酸乙酯提取硝基咪唑类药物及其代谢物,蒸干提取溶液,利用液相色谱-串联质谱仪测定,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 乙酸乙酯。

4.3 乙酸铵:HPLC 级。

4.4 同位素内标:DMZ-D₃、IPZOH-D₃、HMMNI-D₃,纯度≥98%。

4.5 MNZ、MNZOH、DMZ、HMMNI、IPZ、IPZOH 和 RNZ 标准品:纯度≥98%。

4.6 MNZ、MNZOH、DMZ、HMMNI、IPZ、IPZOH 和 RNZ 标准储备溶液:1.0 mg/mL。准确称取适量的 MNZ、MNZOH、DMZ、HMMNI、IPZ、IPZOH 和 RNZ 标准品(4.5),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。

4.7 DMZ-D₃、IPZOH-D₃ 和 HMMNI-D₃ 内标储备溶液:100 μg/mL。称取适量的 DMZ-D₃、IPZOH-D₃ 和 HMMNI-D₃ 内标物(4.4),用甲醇(4.1)配成 100 μg/mL 储备液,储备液贮存在 4 ℃冰箱中。

4.8 DMZ-D₃、IPZOH-D₃ 和 HMMNI-D₃ 内标工作溶液:1 μg/mL。取适量内标储备液(4.7)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。

4.9 MNZ、MNZOH、DMZ、HMMNI、IPZ、IPZOH 和 RNZ 标准工作溶液:用甲醇(4.1)分别配成浓度范围为 1 ng/mL~50 ng/mL 标准工作溶液,其中内标溶液浓度为 50 ng/mL,现配。

4.10 甲醇-水(2+8,体积比):量取 20 mL 甲醇(4.1)于 80 mL 水中,混合均匀。