



中华人民共和国国家标准

GB/T 23411—2009

蜂王浆中 17 种喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of residues of 17 quinolones in royal jelly—
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：丁涛、徐锦忠、吴斌、刘艳、张婧、郭玲、蒋原、陶宏锦。

蜂王浆中 17 种喹诺酮类药物残留量的测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了蜂王浆中恩诺沙星(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),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)和萘啶酸(简称 NAL,下同)17 种喹诺酮残留量的液相色谱-质谱/质谱的测定方法。上述 17 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。

本标准适用于蜂王浆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

蜂王浆样品用氢氧化钠溶液溶解后,阴离子交换柱富集和净化,利用液相色谱-串联质谱仪测定,优化选择二级质谱碎片,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 甲酸(85%)。
- 4.2 甲醇:HPLC 级。
- 4.3 氢氧化钠。
- 4.4 阴离子交换柱(PAX):500 mg,6 mL,或相当者。
- 4.5 喹诺酮类标准品:ENR、CIP、NOR、OFL、DIF·HCl、SAR·HCl、SPA、DAN、FLU、FLE、MAR、ENO、ORB、PIP、PEF、LOM 和 NAL,纯度 $\geq 99\%$ 。
- 4.6 氘代诺氟沙星(简称 NOR-D₅,下同):纯度 $\geq 99\%$ 。
- 4.7 喹诺酮类标准储备溶液:1.0 mg/mL。准确称取适量的喹诺酮类标准物质(4.5),用甲醇(4.2)溶液配成 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 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~50 ng/mL 标准工作溶液,其中内标为 50 ng/mL,现配。
- 4.9 内标溶液(NOR-D₅):用甲醇(4.2)配制浓度为 1 μ g/mL 内标溶液,内标溶液在 4℃ 保存。
- 4.10 氢氧化钠溶液(0.1 mol/L):取 4 g 氢氧化钠,溶解于 1 L 水中。
- 4.11 甲酸-甲醇溶液(5+95,体积比):取 5 mL 甲酸(4.1),溶解于 95 mL 甲醇(4.2)中。