



中华人民共和国国家标准

GB/T 23407—2009

蜂王浆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 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、吴斌、徐锦忠、张晓燕、张婧、杨安南、郭玲、蒋原、陶宏锦。

蜂王浆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

本标准规定了蜂王浆中甲硝唑(简称 MNZ,下同),二甲硝咪唑(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-串联质谱的测定方法。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。

本标准适用于蜂王浆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,用氢氧化钠溶液溶解,乙酸乙酯提取硝基咪唑类药物及其代谢物,阳离子柱富集净化,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 乙腈。
- 4.3 乙酸乙酯。
- 4.4 乙酸铵:HPLC 级。
- 4.5 氢氧化钠溶液:0.25 mol/L。
- 4.6 甲酸(85%)。
- 4.7 氨水(28%)。
- 4.8 阳离子交换柱(PCX):60 mg,3 mL。
- 4.9 甲酸乙腈溶液:量取适量甲酸(4.6)于适量乙腈(4.2)中,浓度为 10%(体积分数)。
- 4.10 氨水甲醇溶液:量取适量氨水(4.7)于适量甲醇(4.1)中,浓度为 5%(体积分数)。
- 4.11 同位素内标:DMZ-D₃、IPZOH-D₃、HMMNI-D₃,纯度≥98%。
- 4.12 MNZ、DMZ、HMMNI、IPZ、IPZOH 和 RNZ 标准品:纯度≥98%。
- 4.13 MNZ、DMZ、HMMNI、IPZ、IPZOH 和 RNZ 标准储备溶液:1 mg/mL。准确称取适量的 MNZ、DMZ、HMMNI、IPZ、IPZOH 和 RNZ 标准品(4.12),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。
- 4.14 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