

ICS 67.050  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22949—2008

GB/T 22949—2008

## 蜂王浆及冻干粉中硝基咪唑类药物 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination nitroimidazole residues in royal jelly  
and lyophilized royal jelly farina—  
LC-MS-MS method

中华人民共和国  
国家标准  
蜂王浆及冻干粉中硝基咪唑类药物  
残留量的测定  
液相色谱-串联质谱法  
GB/T 22949—2008

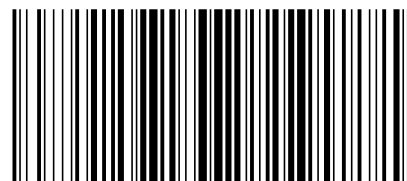
\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn  
电话:68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字  
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-36614 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 22949-2008

2008-12-31 发布

2009-05-01 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 为资料性附录。

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：殷居易、刘永明、谢东华、陈杰、李金、章再婷、范春林、裘定慧、庞国芳。

附录 B  
(资料性附录)  
回收率

9 种硝基咪唑类药物甲硝唑、地美硝唑、替硝唑、洛硝唑、特尼哒唑、异丙硝唑、羟基化甲硝唑、羟基化异丙硝唑、2-羟甲基-1-甲基化-5-硝咪唑在蜂王浆、冻干粉基质中的添加浓度及其平均回收率的实验室内试验数据,见表 B.1、表 B.2。

表 B.1 蜂王浆样品基质中 9 种硝基咪唑类药物的添加浓度和平均回收率试验数据

化合物名称	添加浓度/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/%
羟基化甲硝唑	0.5	73.6
	1.0	82.9
	2.0	91.9
甲硝唑	0.5	88.9
	1.0	92.4
	2.0	94.5
2-羟甲基-1-甲基化-5-硝咪唑	0.5	88.1
	1.0	87.6
	2.0	94.8
特尼哒唑	0.5	96.0
	1.0	93.2
	2.0	96.7
洛硝唑	0.5	78.8
	1.0	77.4
	2.0	86.3
地美硝唑	0.5	92.1
	1.0	83.6
	2.0	92.4
替硝唑	0.5	72.4
	1.0	80.0
	2.0	86.5
羟基化异丙硝唑	0.5	80.6
	1.0	83.9
	2.0	86.2
异丙硝唑	0.5	75.0
	1.0	75.6
	2.0	88.1

蜂王浆及冻干粉中硝基咪唑类药物  
残留量的测定  
液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了蜂王浆及冻干粉中甲硝唑、地美硝唑、替硝唑、洛硝唑、特尼哒唑、异丙硝唑,以及羟基化甲硝唑、羟基化异丙硝唑、2-羟甲基-1-甲基化-5-硝咪唑等 9 种硝基咪唑类药物残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于蜂产品(蜂王浆、冻干粉及蜂蜜)中硝基咪唑类药物残留量的测定。

本标准蜂王浆样品的方法检出限:0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

本标准冻干粉样品的方法检出限:1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 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—2008,ISO 3696:1987,MOD)

### 3 原理

本方法用乙酸钠缓冲液溶解样品基质,乙酸乙酯进行液-液萃取,经过旋转蒸干后,加入四氯化碳和含酸水溶液,离心后取上层溶液,运用液相色谱串联三重四极杆质谱仪(LC-MS-MS)进样检测。

### 4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 乙酸乙酯:色谱纯。

4.4 甲酸:色谱纯。

4.5 四氯化碳。

4.6 乙酸钠。

4.7 标准品:甲硝唑(metronidazole,缩写 MNZ;CAS:443-48-1),地美硝唑(dimetridazole,缩写 DMZ;CAS:551-92-8),替硝唑(tindazole,缩写 TNZ;CAS:19387-91-8),洛硝唑(ronidazole,缩写 RNZ;CAS:7681-76-7),特尼哒唑(ternidazole,缩写 TerNDZ),异丙硝唑(ipronidazole,缩写 IPZ),羟基化甲硝唑(metronidazole-OH,缩写 MNZ-OH),羟基化异丙硝唑(ipronidazole-OH,缩写 IPZ-OH),2-羟甲基-1-甲基化-5-硝咪唑(2-hydroxymethyl-1-methyl-5-nitro-imidazole,缩写 HMMNI),以上标准物质纯度