

ICS 67.180.10  
X 31



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 18932.24—2005

GB/T 18932.24—2005

## 蜂蜜中呋喃它酮、呋喃西林、呋喃妥因和 呋喃唑酮代谢物残留量的测定方法 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of the metabolite residues of furaltadon,  
nitrofurazone, nitrofurantoin and furazolidone in honey—  
Liquid chromatography—tandem mass spectrometry method

中华人民共和国  
国家标准  
蜂蜜中呋喃它酮、呋喃西林、呋喃妥因和  
呋喃唑酮代谢物残留量的测定方法  
液相色谱-串联质谱法  
GB/T 18932.24—2005

\*  
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.bzcs.com  
电话:68523946 68517548

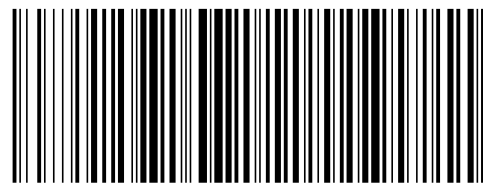
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字  
2005年2月第一版 2005年2月第一次印刷

\*  
书号:155066·1-22371 定价 10.00 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 18932.24—2005

2005-02-04 发布

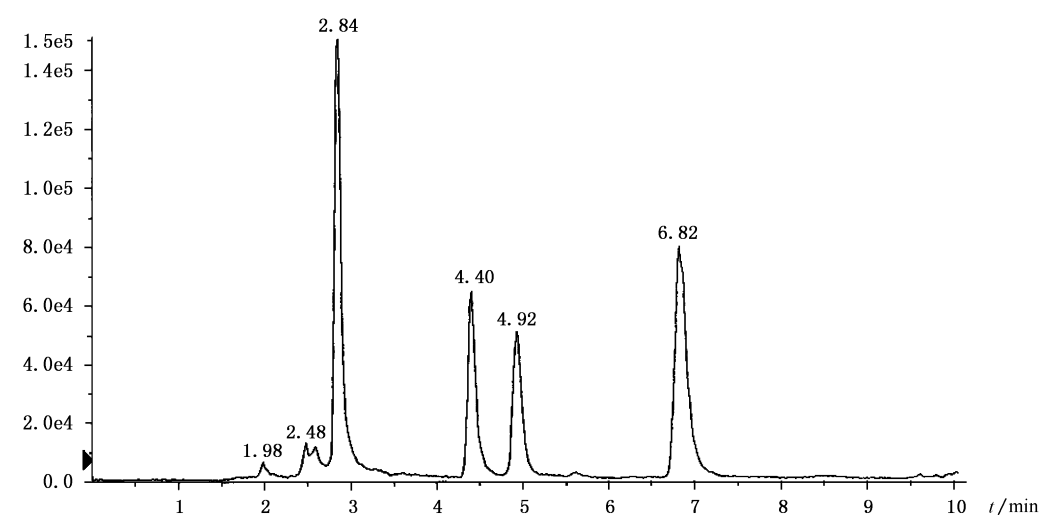
2005-08-01 实施

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

附录 A  
(资料性附录)

四种硝基咪唑代谢物标准物质总离子流图

四种硝基咪唑代谢物标准物质总离子流图见图 A.1。



2.84 min 为 5-甲基咪唑-3-氨基-2-噻烷基酮；

4.40 min 为 氨基脒；

4.92 min 为 1-氨基-2-内酰脒；

6.82 min 为 3-氨基-2-噻烷基酮。

图 A.1 四种硝基咪唑代谢物标准物质总离子流图

## 前言

GB/T 18932 本部分的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本部分由中华全国供销合作总社归口。

本部分起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：庞国芳、张进杰、曹彦忠、郭彤彤、范春林、李学民、刘永明、曹亚平。

本部分系首次发布的国家标准。

表 2 四种硝基咪唑代谢物的质谱参数

硝基咪唑代谢物名称	定性离子对/ (m/z)	定量离子对/ (m/z)	采集时间/ ms	去簇电压/ V	碰撞能量/ V
5-甲基吗啉-3-氨基-2-噻烷基酮衍生物	335/291;335/128	335/291	100	60	32;18
氨基脲衍生物	209/192;209/166	209/166	200	55	17;15
1-氨基-2-内酰胺衍生物	249/134;249/178	249/134	200	70	22;19
3-氨基-2-噻烷基酮衍生物	236/134;236/192	236/134	100	65	19;20

### 7.3.3 液相色谱-串联质谱测定

#### 7.3.3.1 定性测定

在相同试验条件下,样品中待测物质与同时检测的基质标准具有相同的保留时间,并且所选择的离子相对丰度比相一致,则可判定为样品中存在该残留。四种硝基咪唑代谢物的参考保留时间和离子相对丰度比见表 3。

表 3 四种硝基咪唑代谢物参考保留时间和离子相对丰度比

硝基咪唑代谢物名称	定性离子对/ (m/z)	离子相对丰度比/ (%)	保留时间/ min
5-甲基吗啉-3-氨基-2-噻烷基酮衍生物	335/291;335/128	100;53	2.84
氨基脲衍生物	209/192;209/166	93;100	4.40
1-氨基-2-内酰胺衍生物	249/134;249/178	100;40	4.92
3-氨基-2-噻烷基酮衍生物	236/134;236/192	100;12	6.82

#### 7.3.3.2 定量测定

在仪器最佳工作条件下,对四种硝基咪唑代谢物的混合基质标准校准溶液(4.20)分别进样,以峰面积为纵坐标,混合基质校准溶液浓度为横坐标绘制标准工作曲线,用标准工作曲线对样品进行定量,样品溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内。四种硝基咪唑代谢物的标准物质总离子流图参见图 A.1。四种硝基咪唑代谢物的添加浓度及其平均回收率的试验数据参见表 B.1。

### 7.4 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

### 7.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤同时完成空白试验。

## 8 结果计算

结果按(1)式计算:

$$X = c \cdot \frac{V}{m} \cdot \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中被测组分残留量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );

c——从标准工作曲线得到的被测组分溶液浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );

V——样品溶液最终定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

m——样品溶液所代表最终试样的质量,单位为克( $\text{g}$ )。

注:计算结果应扣除空白值。

## 蜂蜜中呋喃它酮、呋喃西林、呋喃妥因和呋喃唑酮代谢物残留量的测定方法 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

GB/T 18932 的本部分规定了蜂蜜中呋喃它酮的代谢物 5-甲基吗啉-3-氨基-2-噻烷基酮、呋喃西林的代谢物氨基脲、呋喃妥因的代谢物 1-氨基-2-内酰胺和呋喃唑酮的代谢物 3-氨基-2-噻烷基酮残留量液相色谱-串联质谱的测定方法。

本部分适用于蜂蜜中 5-甲基吗啉-3-氨基-2-噻烷基酮、氨基脲、1-氨基-2-内酰胺、3-氨基-2-噻烷基酮残留量的测定。

本部分的方法检出限:5-甲基吗啉-3-氨基-2-噻烷基酮和 3-氨基-2-噻烷基酮为  $0.2 \mu\text{g}/\text{kg}$ ;氨基脲和 1-氨基-2-内酰胺为  $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 18932 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注明日期的引用文件,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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6379 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性(GB/T 6379—1986, neq ISO 5725:1981)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

### 3 原理

试样中残留的硝基咪唑类抗生素代谢物在酸性条件下用 2-硝基苯甲醛衍生化,用 Oasis HLB 或相当的固相萃取柱净化。电喷雾离子化,液相色谱-串联质谱检测,外标法定量。

### 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 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 乙酸乙酯:色谱纯。

4.4 磷酸氢二钾:优级纯。

4.5 乙酸:优级纯。

4.6 二甲亚砜:优级纯。

4.7 盐酸:优级纯。

4.8 氢氧化钠:优级纯。

4.9 2-硝基苯甲醛(2-NP):含量 $\geq 99\%$ 。

4.10 磷酸氢二钾溶液:  $0.1 \text{ mol}/\text{L}$ 。称取  $17.4 \text{ g}$  磷酸氢二钾(4.4),用水溶解,定容至  $1000 \text{ mL}$ 。

4.11 盐酸:  $0.2 \text{ mol}/\text{L}$ 。量取  $17 \text{ mL}$  浓盐酸(4.7)用水定容至  $1000 \text{ mL}$ 。