

ICS 67.050  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22952—2008

GB/T 22952—2008

## 河豚鱼和鳗鱼中阿莫西林、氨苄西林、 哌拉西林、青霉素 G、青霉素 V、苯唑西林、 氯唑西林、萘夫西林、双氯西林残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of amoxicillin, ampicillin, piperacillin, penicillin G,  
penicillin V, oxacillin, cloxacillin, nafcillin, dicloxacillin residues in  
fugu and eel—LC-MS-MS method

中华人民共和国  
国家标准  
河豚鱼和鳗鱼中阿莫西林、氨苄西林、  
哌拉西林、青霉素 G、青霉素 V、苯唑西林、  
氯唑西林、萘夫西林、双氯西林残留量的测定  
液相色谱-串联质谱法  
GB/T 22952—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 0.75 字数 15 千字  
2009 年 4 月第一版 2009 年 4 月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-36661 定价 14.00 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 22952-2008

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

附录 A  
(资料性附录)

标准物质的多反应监测(MRM)色谱图

九种青霉素类药物标准物质的多反应监测(MRM)色谱图见图 A.1。

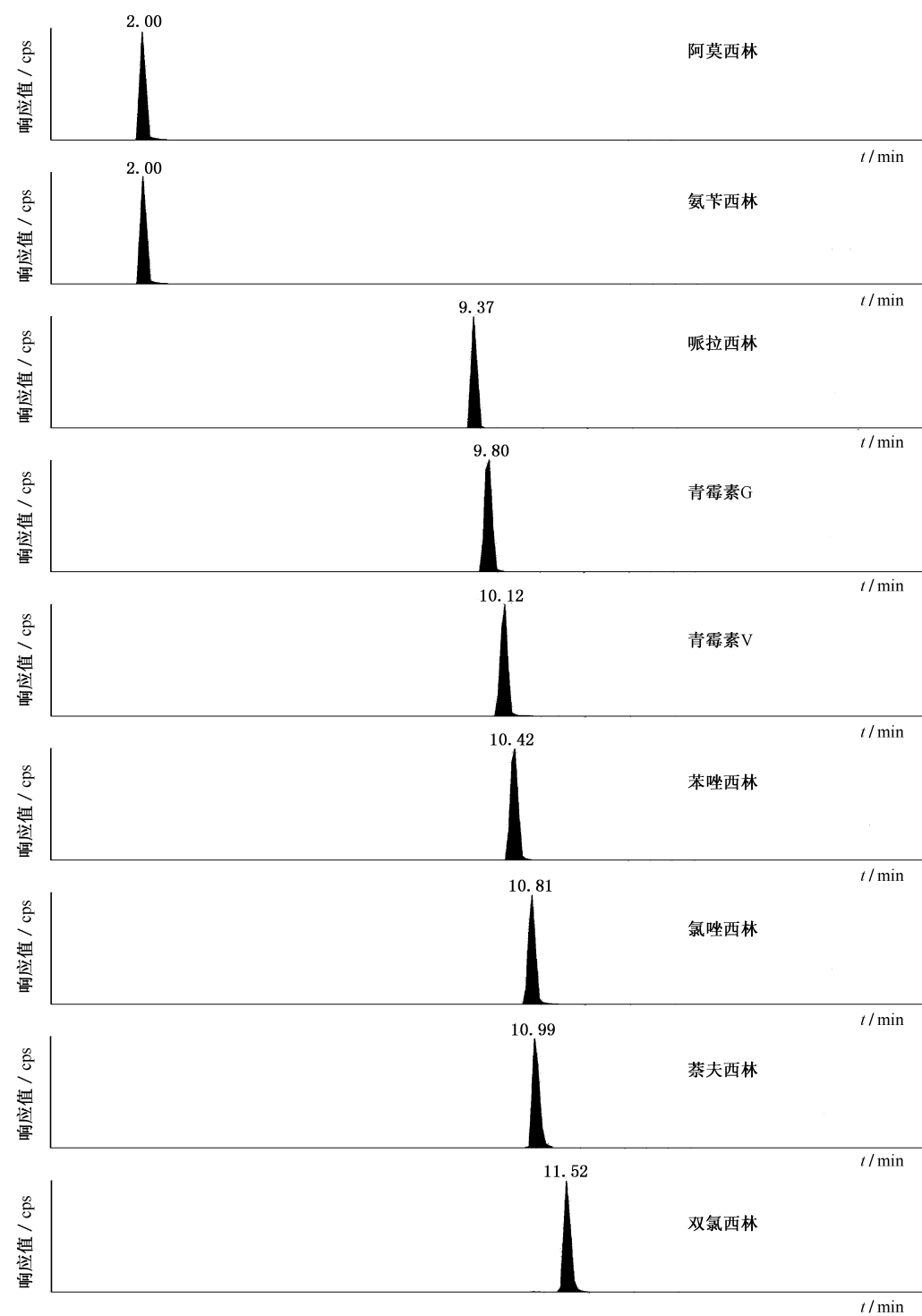


图 A.1 九种青霉素类药物标准物质的多反应监测(MRM)色谱图

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。

本标准主要起草人：李学民、母健、刘晓茂、曹彦忠、刘亚新、庞国芳。

7.4 液相色谱-串联质谱测定

7.4.1 定性测定

选择每种待测物质的 1 个母离子,2 个以上子离子,在相同试验条件下,样品中待测物质的保留时间,与基质标准溶液中对应物质的保留时间偏差在±2.5%之内;样品谱图中各定性离子相对丰度与浓度接近的基质标准溶液的谱图中离子相对丰度相比,偏差不超过表 3 规定的范围,则可判定为样品中存在对应的待测物。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差 以%表示

相对离子丰度 K	K>50	20<K<50	10<K<20	K≤10
允许的最大偏差	±20	±25	±30	±50

7.4.2 定量测定

用 7.2 制备的空白样品添加标准混合工作溶液分别进样,以标准工作溶液浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。用标准工作曲线对样品进行定量,样品溶液中九种青霉素类药物的响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述色谱条件下,九种青霉素类药物标准物质的多反应监测(MRM)色谱图参见附录 A 中的图 A.1。

本方法的添加回收率数据参见附录 B 中的表 B.1。

7.5 平行试验

按上述步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.6 空白试验

除不称取试样外,均按上述分析步骤进行。

8 结果计算

试样中青霉素类药物残留量利用数据处理系统计算或按式(1)计算。

$$X = c \times \frac{V}{m} \times \frac{1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X——试样中被测组分残留量,单位为微克每千克(μg/kg);
- c——从标准工作曲线得到的试样溶液中被测组分的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- m——最终试样溶液所代表的试样质量,单位为克(g)。

计算结果应扣除空白值。

9 精密度

9.1 一般规定

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 规定确定的,其重复性和再现性的值是以 95%的可信度来计算。

9.2 重复性

在重复性试验条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限 r,试样中九种青霉素类药物添加浓度范围及重复性方程见表 4。

## 河豚鱼和鳎鱼中阿莫西林、氨苄西林、 哌拉西林、青霉素 G、青霉素 V、苯唑西林、 氯唑西林、萘夫西林、双氯西林残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了河豚鱼和鳎鱼中阿莫西林、氨苄西林、哌拉西林、青霉素 G、青霉素 V、苯唑西林、氯唑西林、萘夫西林、双氯西林九种青霉素类药物残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于河豚鱼和鳎鱼中阿莫西林、氨苄西林、哌拉西林、青霉素 G、青霉素 V、苯唑西林、氯唑西林、萘夫西林、双氯西林九种青霉素类药物残留量的测定。

本标准方法的检出限:萘夫西林、青霉素 G、哌拉西林、青霉素 V、苯唑西林为 1.0 μg/kg;阿莫西林、氨苄西林、氯唑西林、双氯西林为 2.0 μg/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

试样中青霉素类药物残留用乙腈提取,旋转蒸发除去乙腈,用水定容,液相色谱-串联质谱仪测定,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。

- 4.1 水:GB/T 6682,一级水。
- 4.2 甲醇:色谱纯。
- 4.3 乙腈:色谱纯。
- 4.4 正己烷。
- 4.5 乙腈饱和的正己烷:取 100 mL 正己烷(4.4)和 50 mL 乙腈(4.3)于 250 mL 分液漏斗中,振摇 1 min,静置分层后,弃掉乙腈。
- 4.6 氨水。
- 4.7 乙腈提取液:将 100 mL 乙腈与 0.6 mL 氨水(4.6),充分混合。
- 4.8 标准物质:阿莫西林(CAS:26787-78-0)、氨苄西林(CAS:69-53-4)、哌拉西林(CAS:59703-84-3)、