

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2578—2010

进出口蜂王浆中 15 种喹诺酮类 药物残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of fifteen quinolones residues in
royal jelly for import and export—LC-MS/MS

2010-05-27 发布

2010-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国浙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：谢文、陈笑梅、丁慧瑛、钱艳、刘海山、张慧敏。

进出口蜂王浆中 15 种喹诺酮类 药物残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了进出口蜂王浆中喹诺酮残留量测定的制样和液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于蜂王浆中麻保沙星、依诺沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、洛美沙星、奥比沙星、双氟沙星、沙拉沙星、司帕沙星、恶喹酸、萘啶酸、氟甲喹残留量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件，凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

用甲醇沉淀样品中蛋白质，上清液用 Oasis (HLB) 固相萃取小柱净化，液相色谱-质谱/质谱测定，外标法或内标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 乙腈：高效液相色谱级。
- 4.2 甲醇：高效液相色谱级。
- 4.3 甲酸：高效液相色谱级。
- 4.4 氨水：25%~28%。
- 4.5 甲醇水溶液：甲醇-水(1+9, 体积比)。
- 4.6 5%氨水甲醇溶液：氨水-甲醇(5+95, 体积比)。
- 4.7 麻保沙星、依诺沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、洛美沙星、奥比沙星、双氟沙星、沙拉沙星、司帕沙星、恶喹酸、萘啶酸、氟甲喹、诺氟沙星-D5、环丙沙星-D8 标准品：纯度大于等于 96%，见附录 A 表 A.1。
- 4.8 标准储备溶液：分别称取经折算适量标准品(4.7)(精确至 0.1 mg)，分别用甲醇溶解定容，溶液浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，1 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。有效期 3 个月。
- 4.9 诺氟沙星-D5、环丙沙星-D8 同位素内标标准储备溶液：分别称取适量标准品(4.7)，分别用甲醇溶解定容，溶液浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，1 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。
- 4.10 空白样品提取液：用不含 15 种喹诺酮的蜂王浆样品，按照第 7 章制备空白样品溶液。