

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2061—2008

进出口蜂王浆中硝基呋喃
类代谢物残留量的测定
液相色谱-质谱/质谱法

Determination of nitrofuran metabolites residues
in royal jelly for import and export—
HPLC-MS/MS

2008-04-29 发布

2008-11-01 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

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈笑梅、刘海山、谢文、单慧君、俞春燕、杨磊、钱艳、吴娟。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口蜂王浆中硝基咪喃 类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咪喃唑酮代谢物 3-氨基-2-噁唑烷酮(3-Amino-oxazolidin-2-one, AOZ)、咪喃它酮代谢物 3-氨基-5-吗啉代甲基-2-噁唑烷酮(3-Amino-5-morpholinomethyl-oxazolidin-2-one, AMOZ)、咪喃西林代谢物氨基脒(semicarbazide, SEM)和咪喃妥因代谢物 1-氨基乙内酰脲(1-aminohydantoin, AHD)质谱/质谱测定方法。

本标准适用于蜂王浆中 AOZ、AMOZ、SEM 和 AHD 残留的定性确证和定量测定。

2 方法提要

样品经稀盐酸水解蛋白结合态中的硝基咪喃代谢物,用 2-硝基苯甲醛(2-NBA)衍生化,三氯乙酸沉淀去除蛋白质,调 pH 值 7.5 后,清液过 HLB 小柱净化,分析物采用液相色谱-串联质谱测定,内标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯,水为超纯水。

- 3.1 甲醇:色谱纯。
- 3.2 乙腈:色谱纯。
- 3.3 乙酸乙酯:色谱纯。
- 3.4 邻硝基苯甲醛(2-NBA)。
- 3.5 二甲亚砜:色谱纯。
- 3.6 乙酸铵:色谱纯。
- 3.7 5 mmol/L 乙酸铵水溶液:称取 0.19 g 乙酸铵溶于适量水中,再定容到 500 mL。
- 3.8 50%三氯乙酸:称 50 g 三氯乙酸,加 50 g 水溶解。
- 3.9 1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 40 g 氢氧化钠,用水溶解定容至 1 000 mL。
- 3.10 2-NBA 衍生剂(50 mmol/L):称取 0.037 8 g 邻硝基苯甲醛到烧杯中,加入 5 mL 二甲亚砜溶解,该溶液的浓度为 50 mmol/L,现配。
- 3.11 0.1 mol/L 磷酸氢二钾:称取 8.71 g 无水磷酸氢二钾,加入 500 mL 水溶解。
- 3.12 0.2 mol/L 盐酸溶液:量取 17 mL 浓盐酸用水定容至 1 000 mL。
- 3.13 0.2%乙酸-乙腈(7+3,体积比):0.2%乙酸 70 mL 与 30 mL 乙腈混匀。
- 3.14 标准溶液配制
 - 3.14.1 硝基咪喃类代谢物标准品:AOZ、SEM·HCl、AHD·HCl、AMOZ 纯度均大于 99%。
 - 3.14.2 硝基咪喃类代谢物同位素标准品:AOZ-D₄ 纯度大于 98%,SCA-¹⁵N₂-¹³C·HCl 纯度大于 99%,AHD-¹³C₃ 纯度大于 98%,AMOZ-D₅ 纯度大于 98%。
 - 3.14.3 标准储备液:分别称取适量 AOZ、AMOZ、SEM·HCl 和 AHD·HCl 硝基咪喃代谢物标准,用甲醇溶解并定容 1.0 mg/mL,0℃~4℃保存,有效期 6 个月。
 - 3.14.4 混合标准溶液:分别准确移取适量 1.0 mg/mL AOZ、SEM、AHD、AMOZ 标准储备液(3.16),