



中华人民共和国国家标准

GB/T 20751—2006

鳗鱼及制品中十五种喹诺酮类药物 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of 15 quinolone residues
in eels and eel products—
LC-MS-MS method

2006-12-31 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局归口。

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、中华人民共和国福建出入境检验检疫局、食品安全分析与检测技术教育部重点实验室(福州大学)。

本标准主要起草人：庞国芳、杨方、刘正才、余孔捷、卢声宇、李耀平、陈国南。

本标准系首次发布的国家标准。

鳎鱼及制品中十五种喹诺酮类药物残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了鳎鱼及制品中十五种喹诺酮类药物残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于鳎鱼及制品中十五种喹诺酮类药物的测定。

本标准的方法检出限：十五种喹诺酮类药物的检出限均为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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—1992, neq ISO 3696:1987）

3 原理

试样中残留的喹诺酮类药物采用乙腈提取，提取液经正己烷液液分配脱脂后，以强阳离子固相萃取小柱净化，液相色谱-串联质谱法测定，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，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 正己烷。

4.4 浓氨水。

4.5 甲酸。

4.6 乙酸铵。

4.7 无水硫酸钠：650 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4 h，冷却后储于密封容器中备用。

4.8 氨水+甲醇：25+75。量取 25 mL 氨水（4.4），以甲醇（4.2）定容 100 mL，混匀。

4.9 甲酸溶液：0.1%。移取 1 mL 甲酸（4.5），以水定容 1 L。

4.10 乙酸铵缓冲液：10 mmol/L。称取 0.77 g 乙酸铵（4.6），溶于约 700 mL 水中，以甲酸调节 pH=4.6，以水定容 1 L。

4.11 十五种喹诺酮类药物标准物质：氟罗沙星、氧氟沙星、依诺沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星、洛美沙星、单诺沙星、奥比沙星、双氟沙星、沙拉沙星、司帕沙星、噁喹酸、萘啶酸、氟甲喹，纯度均 $\geq 98\%$ 。

4.12 标准储备溶液：100 mg/L。准确称取十五种喹诺酮类药物标准物质（4.11）各 10.0 mg，分别用甲醇溶解并定容至 100 mL，该标准储备液置于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中可保存一个月。