



中华人民共和国国家标准

GB 29692—2013

食品安全国家标准

牛奶中喹诺酮类药物多残留的测定 高效液相色谱法

2013-09-16 发布

2014-01-01 实施

中华人民共和国农业部
中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

牛奶中喹诺酮类药物多残留的测定

高效液相色谱法

方法一

1 范围

本方法规定了牛奶中喹诺酮类药物残留量检测的制样和高效液相色谱测定方法。

本方法适用于牛奶中环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、沙拉沙星和二氟沙星单个或多个药物残留量检测。

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 原理

试样中残留的喹诺酮类药物,用乙腈提取,旋转蒸发至近干,流动相溶解。高效液相色谱-荧光测定,外标法定量。

4 试剂与材料

以下所用的试剂,除特别注明者外均为分析纯试剂;水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 达氟沙星、恩诺沙星、盐酸环丙沙星、盐酸沙拉沙星和盐酸二氟沙星对照品:含量 $\geq 99.0\%$ 。

4.2 磷酸。

4.3 氢氧化钠。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 三乙胺。

4.6 氢氧化钠饱和溶液:取氢氧化钠适量,加水振摇使成饱和溶液,冷却后,置聚乙烯塑料瓶中,静置,澄清。

4.7 5 mol/L 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠饱和溶液 28 mL,用水溶解并稀释至 100 mL。

4.8 0.03 mol/L 氢氧化钠溶液:取 5 mol/L 氢氧化钠溶液 0.6 mL,用水溶解并稀释至 100 mL。

4.9 0.05 mol/L 磷酸三乙胺溶液:取磷酸 3.4 mL,用水溶解并稀释至 1 000 mL。用三乙胺调 pH 至 2.4。

4.10 喹诺酮类药物混合标准贮备液:精密称取达氟沙星对照品 10 mg,恩诺沙星、环丙沙星、沙拉沙星和二氟沙星对照品各 50 mg,于 50 mL 量瓶中,用 0.03 mol/L 氢氧化钠溶液溶解并稀释至刻度,配制成达氟沙星浓度为 0.2 mg/mL,环丙沙星、恩诺沙星、沙拉沙星和二氟沙星浓度为 1 mg/mL 的喹诺酮类