



中华人民共和国国家标准

GB/T 21166—2007

肠衣中硝基呋喃类代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of nitrofuran metabolites residues in casing—
LC-MS/MS method

2007-10-31 发布

2008-04-01 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

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈惠兰、丁涛、沈崇钰、吴斌、徐锦忠、林宏、李公海、张扬、蒋原、蔡宝亮、陶宏锦。

肠衣中硝基咪喃类代谢物残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了肠衣中咪喃它酮的代谢物 5-甲基吗啉-3-氨基-2-噁唑烷基酮(简称 AMOZ)、咪喃西林的代谢物氨基脲(简称 SEM)、咪喃妥因的代谢物 1-氨基-2-内酰胺(简称 AHD)和咪喃唑酮的代谢物 3-氨基-2-噁唑烷基酮(简称 AOZ)残留量的液相色谱-串联质谱的测定方法。

本标准适用于肠衣中硝基咪喃类代谢物残留量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 方法提要

硝基咪喃类药物在动物体内迅速分解,其原位稳定性只有数小时,而其代谢物在动物体内容易和蛋白组织结合,十分稳定。在酸性条件下,与蛋白质组织键合的硝基咪喃类药物代谢物游离出来,与衍生试剂避光衍生化 16 h,乙酸乙酯提取后,浓缩定容,用液相色谱-串联质谱仪测定,内标法定量。

4 试剂和材料

- 4.1 水:应符合 GB/T 6682 规定的一级水。
- 4.2 甲醇:HPLC 级。
- 4.3 乙酸乙酯:HPLC 级。
- 4.4 乙酸铵:HPLC 级。
- 4.5 无水磷酸氢二钾:分析纯。
- 4.6 二甲基亚砜:分析纯。
- 4.7 邻硝基苯甲醛:分析纯。
- 4.8 盐酸:36%~38%分析纯。
- 4.9 同位素内标:AHD-¹³C₃, AMOZ-D₅, AOZ-D₄, SEM·HCl-(¹³C, ¹⁵N₂), 100 μg/mL, 纯度≥98%。
- 4.10 AOZ、SEM·HCl、AMOZ 和 AHD·HCl 标准品: 纯度≥98%。
- 4.11 AOZ、SEM、AMOZ 和 AHD 标准储备溶液:1 mg/mL。准确称取适量的 AOZ、SEM·HCl、AMOZ 和 AHD·HCl 标准品(4.10),用甲醇(4.2)配成 1.0 mg/mL 的标准储备液。储备液贮存在 4℃冰箱中,1 年有效。
- 4.12 AOZ、SEM、AMOZ 和 AHD 标准工作溶液:用甲醇分别配成浓度为 100 ng/mL、10 ng/mL 标准工作溶液,标准工作溶液在 4℃保存,3 个月有效。
- 4.13 内标溶液:用甲醇配制浓度为 50 ng/mL 四种内标混合溶液,内标混合溶液在 4℃保存,1 年有效。
- 4.14 衍生化溶液:50 mmol/L 邻硝基苯甲醛。称取 0.037 8 g 的邻硝基苯甲醛(4.7)到 50 mL 烧杯