



中华人民共和国国家标准

GB/T 22982—2008

牛奶和奶粉中甲硝唑、洛硝哒唑、 二甲硝唑及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of metronidazole, ronidazole, dimetridazole residues
in milk and milk powder—
LC-MS-MS method

2008-12-31 发布

2009-05-01 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、附录 B 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：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王凤池、艾连峰、郭春海、段文仲、陈瑞春、吕红英、窦彩云、马育松、庞国芳。

牛奶和奶粉中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝唑及其代谢物残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝唑及其代谢物残留量的高效液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝唑及其代谢物残留量的测定和确证。

本标准的方法检出限:牛奶中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝唑为 $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$, 羟基甲硝唑为 $1 \mu\text{g}/\text{kg}$, 1-甲基-2-羟甲基-5-硝基咪唑为 $2.5 \mu\text{g}/\text{kg}$; 奶粉中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝唑为 $2.5 \mu\text{g}/\text{kg}$, 羟基甲硝唑为 $5 \mu\text{g}/\text{kg}$, 1-甲基-2-羟甲基-5-硝基咪唑为 $12.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

用乙腈-乙酸乙酯提取试样中的分析物,阳离子固相萃取柱净化,高效液相色谱-串联质谱测定,内标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为液相色谱纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈。

4.2 乙酸乙酯。

4.3 甲醇。

4.4 丙酮。

4.5 乙酸。

4.6 氨水。

4.7 无水硫酸钠,分析纯;经 $650 \text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧 4 h,置于干燥器内备用。

4.8 氨水-乙腈(1+19):量取 5 mL 氨水,用乙腈定容至 100 mL。

4.9 标准品:甲硝唑(metronidazole,CAS:13182-89-3)、洛硝哒唑(ronidazole,CAS:7681-76-7)、二甲硝唑(dimetridazole,CAS:551-92-8)、羟基甲硝唑(metronidazole-OH,CAS:7681-76-7)、1-甲基-2-羟甲基-5-硝基咪唑(hydroxydimetridazole,CAS:936-05-0)、氘代洛硝哒唑(RNZ-D3)、氘代羟基甲硝唑(MZNOH-D2)和氘代 1-甲基-2-羟甲基-5-硝基咪唑(HMMNI-D3):纯度均大于等于 98%。