



中华人民共和国国家标准

GB/T 20744—2006

蜂蜜中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of metronidazole, ronidazole and
dimetridazole residues in honey—
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
中国国家标准化管理委员会

发布

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、山东农业大学。

本标准主要起草人：庞国芳、刘永明、曹彦忠、范春林、张进杰、李学民、吴艳萍、李金、连玉晶、林忠。

本标准系首次发布的国家标准。

蜂蜜中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了蜂蜜中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于蜂蜜中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑残留量的测定。

本标准的方法检出限：甲硝唑检出限为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；洛硝哒唑和二甲硝咪唑检出限均为 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

蜂蜜中三种硝基咪唑类药物残留用乙酸乙酯提取，提取液浓缩后，经过固相萃取柱净化，液相色谱-串联质谱仪测定，外标法定量。

4 试剂和材料

水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 乙腈：色谱纯。

4.3 乙酸乙酯：色谱纯。

4.4 甲酸：优级纯。

4.5 无水硫酸钠：分析纯。在 650℃ 马弗炉中灼烧 6 h，贮存于干燥器中。

4.6 洗脱剂：甲醇+乙腈+0.1%甲酸水（40+18+42）。

4.7 甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑标准物质：纯度 $\geq 98\%$ 。

4.8 甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑标准储备溶液：1.0 mg/mL。准确称取适量的甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑标准物质，分别用甲醇配成标准储备液。储备液在低于 4℃ 时可保存两个月。

4.9 甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑混合标准工作溶液 A 和 B：根据需要吸取适量甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑标准储备溶液，用甲醇稀释成甲硝唑为 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，洛硝哒唑和二甲硝咪唑均为 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准工作溶液 A。再吸取适量混合标准工作溶液 A 用甲醇稀释成甲硝唑为 0.010 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，洛硝哒唑和二甲硝咪唑均为 0.020 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准工作溶液 B。混合标准工作溶液 A 和 B 应现用现配。

4.10 甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑混合基质标准工作溶液：根据需要吸取适量甲硝唑、洛硝哒唑、二