ICS 65.150
B 51

DB32

江 苏 省 地 方 标 准

DB32/T 3771—2020

渔业养殖用水中喹诺酮类抗生素测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of quinolones in aquaculture water—Liquid chromatography-tandem mass spectrometry

2020-04-08 发布　　2020-05-15 实施

江苏省市场监督管理局　　发 布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由江苏省农业农村厅提出。

本标准由江苏省渔业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：江苏省淡水水产研究所、江苏省水产质量检测中心。

本标准主要起草人：孟勇、沈美芳、朱晓华、杨洪生、王静、张美琴、谭秀慧、刘崇万、王凯、朱凛。

渔业养殖用水中喹诺酮类抗生素测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了渔业养殖用水中16种喹诺酮类抗生素残留量的前处理和液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于渔业养殖用水中恩诺沙星、诺氟沙星、培氟沙星、环丙沙星、氧氟沙星、沙拉沙星、依诺沙星、洛美沙星、萘啶酸、恶喹酸、氟甲喹、丹诺沙星、双氟沙星、奥比沙星、司帕沙星、氟罗沙星16种抗生素残留量的测定。

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

水样用混合纤维素滤膜过滤后，喹诺酮类抗生素经固相萃取柱富集、洗脱和净化后，供液相色谱-串联质谱仪测定，内标法定量。

4 试剂和材料

4.1 甲醇(CH_3OH)。

4.2 乙腈(CH_3CN)。

4.3 甲酸(HCOOH)。

4.4 乙酸铵(CH_3COONH_4)。

4.5 氨水($NH_3 \cdot H_2O$)：优级纯。

4.6 5 mmol/L乙酸铵缓冲液：称取0.192 5 g乙酸铵(4.4)，溶于500 mL水中。用甲酸(4.3)调节pH为3±0.05。

4.7 5%氨水甲醇溶液：量取5 mL氨水(4.5)，用甲醇稀释并定容至100 mL。

4.8 0.1%甲酸水溶液：量取1 mL甲酸(4.3)，用水稀释至1 000 mL。

4.9 0.1%甲酸水-乙腈：(9+1，体积比)，量取90 mL 0.1%甲酸水溶液(4.8)和10 mL乙腈(4.2)混合。

4.10 标准物质：恩诺沙星(Enrofloxacin)、诺氟沙星(Norfloxacin)、培氟沙星(Pefloxacin)、环丙沙星(Ciprofloxacin)、氧氟沙星(Ofloxacin)、沙拉沙星(Sarafloxacin)、依诺沙星(Enoxacin)、洛美沙星(Lomefloxacin)、萘啶酸(Nalidixic acid)、恶喹酸(Oxolinic acid)、氟甲喹(Flumequine)、丹诺沙星(Danafloxacin)、双氟沙星(Difloxacin)、奥比沙星(Orbifloxacin)、司帕沙星(Sparfloxacin)、氟罗沙星(Flerox-