# 豆制品、火锅、麻辣烫等食品中喹诺酮类化合物的测定（BJS 201909）

来源：网络 作者：落花无言 更新时间：2025-05-08

*豆制品、火锅、麻辣烫等食品中喹诺酮类化合物的测定BJS201909范围本标准规定了豆腐、豆干、火锅底料、麻辣烫底料及火锅和麻辣烫的食材中诺氟沙星、氧氟沙星、洛美沙星、培氟沙星、氟罗沙星、沙拉沙星、双氟沙星、司帕沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺...*

豆制品、火锅、麻辣烫等食品中喹诺酮类化合物的测定

BJS

201909

范围

本标准规定了豆腐、豆干、火锅底料、麻辣烫底料及火锅和麻辣烫的食材中诺氟沙星、氧氟沙星、洛美沙星、培氟沙星、氟罗沙星、沙拉沙星、双氟沙星、司帕沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星的高效液相色谱-串联质谱检测法。

本标准适用于豆腐、豆干、火锅底料、麻辣烫底料及火锅和麻辣烫的食材中诺氟沙星、氧氟沙星、洛美沙星、培氟沙星、氟罗沙星、沙拉沙星、双氟沙星、司帕沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星的测定和确证。

原理

采用0.1

mol/L

EDTA-Mcllvaine

缓冲溶液提取样品中的喹诺酮类化合物，经离心和过滤后，上清液经HLB固相萃取柱净化后，用高效液相色谱-串联质谱仪检测和确证，内标法定量。

试剂和材料

以下所用的试剂，除特别注明外均为分析纯，水为GB/T

6682规定的一级水。

3.1

乙腈（CH3CN）：色谱纯。

3.2

甲醇（CH3OH）：色谱纯。

3.3

甲酸（CHOOH）：色谱纯。

3.4

甲醇（CH3OH）。

3.5

氨水（NH4OH）：浓度25%～28%。

3.6

乙二胺四乙酸二钠（C10H14N2Na2O8·2H2O）。

3.7

柠檬酸（C6H8O7·H2O）。

3.8

磷酸氢二钠（Na2HPO4·12H2O）。

3.9

氢氧化钠（NaOH）。

3.10

盐酸（HCl）：含HCI

38%。

3.11

乙酸铵（CH3COONH4）：色谱纯。

3.12

磷酸氢二钠溶液（0.2

mol/L）：称取71.63

g磷酸氢二钠（3.8），用水溶解并定容至1000

mL。

3.13

柠檬酸溶液（0.1

mol/L）：称取21.01

g柠檬酸（3.7），用水溶解并定容至1000

mL。

3.14

Mcllvaine缓冲溶液：将1000

mL

0.1

mol/L柠檬酸溶液（3.13）与625

mL

0.2

mol/L磷酸氢二钠溶液（3.12）混合，用盐酸或氢氧化钠调节pH至4.0±0.1。

3.15

EDTA-Mcllvaine

缓冲溶液（0.1

mol/L）：称取60.5g乙二胺四乙酸二钠（3.6）至1625mL

Mcllvaine缓冲溶液（3.14）中，超声使其溶解。

3.16

5%甲醇水溶液：取5

mL甲醇（3.4），用水稀释至100

mL。

3.17

25%氨水甲醇溶液：取25

mL氨水（3.5），用甲醇（3.4）稀释至100

mL。

3.18

标准品：标准品中文名称、英文名称、CAS登录号、分子式、相对分子质量见附录A表A.1，纯度≥99%。

3.19

标准储备液配制：分别精密称取标准品（3.18）约10

mg，置10

mL容量瓶中，加入0.2

mL甲酸（3.3），超声使溶解，用乙腈（3.1）定容至刻度，摇匀，配制成浓度为1.0

mg/mL的标准储备液，转移至溶剂瓶中于-18℃以下避光保存，有效期6个月。

3.20

混合标准溶液的配制：准确吸取标准储备液（3.19）1

mL于100

mL容量瓶中，用甲醇（3.2）定容至刻度，配制成浓度为0.01

mg/mL的混合标准溶液（环丙沙星、沙拉沙星浓度约0.015mg/mL），于4℃以下避光保存，有效期3个月。

3.21

混合标准中间溶液的配制：准确吸取混合标准溶液（3.20）1

mL至10

mL容量瓶中，用甲醇（3.2）定容至刻度，配制成浓度为1.0

μg/mL的混合标准中间溶液（环丙沙星、沙拉沙星浓度约1.5

μg/mL），于4℃以下避光保存，临用新配。

3.22

内标标准储备液配制：分别称取氘代同位素标准品（3.18）约10

mg，至10

mL容量瓶中，加入0.2

mL甲酸（3.3），超声溶解，用乙腈（3.1）稀释至刻度，配制成浓度为1.0

mg/mL的标准储备液，于-18℃以下避光保存，有效期6个月。

3.23

混合内标标准中间溶液的配制：准确吸取内标标准储备液（3.22）0.01mL于10

mL容量瓶中，用甲醇（3.2）定容至刻度，配制成浓度为1.0

μg/mL的混合内标标准中间溶液，于4℃以下避光保存，临用新配。

3.24

固相萃取小柱（500

mg，6

mL）：HLB柱或相当者。使用前依次以6

mL甲醇、6mL水活化，保持柱体湿润。

仪器和设备

4.1

液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源（ESI）。

4.2

分析天平：感量0.001g和0.00001

g。

4.3

涡旋振荡器

4.4超声仪

4.5离心机：转速≥8000

r/min

4.6

均质器

4.7

氮气浓缩仪

测定步骤

5.1

试样制备与保存

豆制品、火锅和麻辣烫的食材

从待检样品中取出样品约500g，用组织捣碎机充分捣碎混匀，装入洁净容器中，密封，并标明标记，于-18℃冷冻存放。

火锅底料、麻辣烫底料

固体状：从待检样品中取出样品约500g，用组织捣碎机充分捣碎混匀，装入洁净容器中，密封，并标明标记，于4℃冷藏存放。

半固体状：从待检样品中取出样品约500g，放入研钵中，迅速研磨均匀，装入洁净容器中，密封，并标明标记于4℃冷藏存放。

液体状：从待检样品中取出样品约500g，搅拌均匀后装入洁净容器中，密封，并标明标记，于4℃冷藏存放。

5.2

样品溶液制备

提取：称取5.0

g均匀样品（精确至0.001g），置50

mL离心管中，精密加入混合内标标准中间溶液（3.23）0.1mL，加入20

mL

0.1

mol/L

EDTA-Mcllvaine

缓冲溶液（3.15），涡旋混匀1min，超声提取15

min，8000

r/min离心5

min，上清液转移至50

mL容量瓶中，残渣用EDTA-Mcllvaine

缓冲溶液（3.15）同法重复提取两次，每次10

mL，合并上清液至同一容量瓶中，用EDTA-Mcllvaine

缓冲溶液（3.15）定容至刻度，混匀。用滤纸过滤（必要时10000

r/min离心5

min后过滤），续滤液待净化。

净化：精密吸取上述待净化液25.0

mL，以约1

mL/min的流速全部通过固相小柱（3.24），用3

mL

5%甲醇水溶液（3.16）淋洗，抽干，先后以6

mL甲醇、3

mL氨水甲醇（3.17）洗脱，合并甲醇及氨水甲醇洗脱液，45

℃氮吹至近干，准确加入2.0

mL流动相初始比例复溶液溶解残渣，过0.22

μm滤膜，续滤液供液相色谱-串联质谱仪分析。

5.3

基质标准工作溶液的制备

称取5.0

g空白试样（精确至0.001g），置50

mL离心管中，除不加入混合内标标准中间溶液外，其余同5.2操作处理后得到空白基质，共制备6份。

分别精密吸取混合标准中间溶液（3.21）0

mL、0.010

mL、0.020

mL、0.050

mL、0.100

mL、0.200

mL及混合内标标准中间溶液（3.23）0.025

mL于试管中，氮吹至近干，精密加入1.0

mL空白基质复溶，过0.22

μm滤膜，制成浓度为0

ng/mL、10

ng/mL、20

ng/mL、50

ng/mL、100

ng/mL、200

ng/mL的基质标准工作溶液（环丙沙星、沙拉沙星浓度为0

ng/mL、15

ng/mL、30

ng/mL、75

ng/mL、150

ng/mL、300

ng/mL，同位素内标浓度约25ng/mL）。

5.4

测定

5.4.1

液相色谱参考条件

1）

色谱柱：C18色谱柱，2.1

mm×50

mm×1.7

μm，或性能相当者。

2）

柱温：40℃。

3）

流速：0.25

mL/min。

4）

进样量：2

μL。

5）

流动相：A-5

mmol/L乙酸铵水溶液（含0.1%甲酸），B-乙腈。梯度洗脱条件见表1。

表1

梯度洗脱条件

时间（min）

A(%)

B(%)

10.5

13.1

5.4.2

质谱参考条件

1）

电离方式：电喷雾电离（ESI）；

2）

扫描方式：正离子扫描；

3）

检测方式：多反应监测MRM；

4）

离子源参数参考条件：

离子源接口电压，4000

V；离子源接口温度，350

℃；脱溶剂温度，250

℃；离子源加热温度，400

℃；雾化气流速，2.9

L/min；干燥气流速，10.0

L/min；加热气流速，10.0

L/min。

5）定性离子对、定量离子对参见表2。

表2

喹诺酮类药物主要质谱参数

序号

组分

母离子

子离子

Q1

预四极杆电压

碰撞电压

Q3

预四极杆电压

（m/z）

（m/z）

（V）

(V)

（eV）

诺氟沙星

320.2

\*302.0

231.1

氧氟沙星

362.2

\*318.2

261.1

洛美沙星

352.0

\*265.0

308.0

培氟沙星

334.0

290.1

\*316.2

氟罗沙星

370.0

\*326.0

269.0

沙拉沙星

386.2

342.0

299.1

\*368.1

双氟沙星

400.0

\*356.0

299.0

司帕沙星

393.0

\*349.0

292.0

环丙沙星

332.1

\*314.1

287.8

231.0

达氟沙星

358.0

\*340.1

283.2

82.1

恩诺沙星

360.0

\*342.1

316.0

245.2

D8-环丙沙星

340.3

322.1

D5-恩诺沙星

365.1

321.1

D5-诺氟沙星

325.3

307.2

注：1.“\*”表示定量离子；2.所列质谱参考条件是在岛津（LC/MS-8050）质谱仪上完成的，此处所列试验用仪器型号仅供参考，不涉及商业目的，鼓励方法使用者尝试不同厂家或型号的仪器；3.对不同质谱仪，仪器参数可能存在差异，测定前应将质谱参数优化到最佳；4.由于喹诺酮类化合物离子化受基质干扰较为

显著，方法使用者可根据实际情况选择表中所列离子对进行定性定量测定。

5.4.3

标准曲线绘制

取基质标准工作溶液（5.3）按浓度由低到高依次进样检测，内标法绘制标准曲线。

5.5

定性

在相同实验条件下，试样中待测物质的保留时间与标准工作溶液中对应的保留时间偏差应在±2.5%之内；且试样谱图中各组分定性离子的相对丰度与标准工作溶液定性离子的相对丰度，其允许偏差不超过表3规定的范围时，则可确定为样品中存在此种待测物。基质标准溶液多反应监测（MRM）典型图谱见附录B。

表3

定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度，%

＞50%

＞20%～50%

＞10%～20%

≤10%

允许的相对偏差，%

±20%

±25%

±30%

±50%

5.6

定量

待测样液中喹诺酮药物的响应值应在标准曲线线性范围内，诺氟沙星、氧氟沙星、培氟沙星、氟罗沙星以氘代诺氟沙星为内标，洛美沙星、双氟沙星、环丙沙星、达氟沙星以氘代环丙沙星为内标，司帕沙星、沙拉沙星、恩诺沙星以氘代恩诺沙星为内标，内标法定量。本方法中所列内标能基本满足方法要求，如条件允许，可采用各化合物的对应同位素化合物作为内标。

结果计算

试样测定结果按公式（1）计算目标物的含量：

………….(1)

式中：

X——试样中被测组分的含量，单位为微克每千克（μg/kg）；

m——试样的称样量，单位为克（g）；

C——由工作曲线计算得到的试样中被测组分的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V——定容体积，单位为毫升（mL）。

F——稀释倍数

计算结果需扣除空白值（空白基质），并保留三位有效数字。

检测方法灵敏度、准确度、精密度

7.1

灵敏度

诺氟沙星、氧氟沙星、洛美沙星、培氟沙星、氟罗沙星、双氟沙星、司帕沙星、达氟沙星、恩诺沙星检出限均为5

μg/kg，环丙沙星检出限为7.5

μg/kg，沙拉沙星检出限为7.5

μg/kg。

诺氟沙星、氧氟沙星、洛美沙星、培氟沙星、氟罗沙星、双氟沙星、司帕沙星、达氟沙星、恩诺沙星定量限均为15

μg/kg，环丙沙星定量限为22.5

μg/kg，沙拉沙星定量限为22.5

μg/kg。

7.2

准确度

本方法在15.0～100.0

μg/kg的添加水平上的回收率范围为65.0%～120.0%。

7.3

精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%。

附录A

标准品信息

表A.1

标准品中文名称、英文名称、CAS登录号、分子式、相对分子质量

序号

化合物名称

英文名

CAS登录号

分子式

相对分子质量

诺氟沙星

Norfloxacin

70458-96-7

C16H18FN3O3

319.33

氧氟沙星

Ofloxacin

82419-36-1

C18H20FN3O4

361.37

洛美沙星

Lomefloxacin

98079-51-7

C17H19F2N3O3

351.35

培氟沙星

Pefloxacin

70458-92-3

C17H20FN3O3

333.36

氟罗沙星

Fleroxacin

79660-72-3

C17H18F3N3O3

369.34

盐酸沙拉沙星

Sarafloxacin

Hydrochloride

91296-87-6

C20H18ClF2N3O3

421.81

盐酸双氟沙星

Difloxacin

Hydrochloride

91296-86-5

C21H20ClF2N3O3

435.85

司帕沙星

Sparfloxacin

110871-86-8

C19H22F2N4O3

392.40

环丙沙星

Ciprofloxacin

85721-33-1

C17H18FN3O3

331.34

甲磺酸达氟沙星

Danofloxacin

mesylate

119478-55-6

C20H24

FN3O6S

453.48

恩诺沙星

Enrofloxacin

93106-60-6

C19H22FN3O3

359.39

D8-环丙沙星

Ciprofloxacin-d8

/

C17H10D8FN3O3

339.39

D5-恩诺沙星

Enrofloxacin-d5

/

C19H17D5FN3O3

364.37

D5-诺氟沙星

Norfloxacin-d5

/

C16H13D5FN3O3

324.37

注：市售标准品中部分为其盐酸盐或甲磺酸盐。

附录B

14种喹诺酮类化合物多反应监测（MRM）谱图

14种喹诺酮类化合物火锅底料基质标准溶液(100

ng/mL，氘代内标为25

ng/mL)多反应监测（MRM）谱图

本方法负责起草单位：四川省食品药品检验检测院

方法的参与验证单位：上海市食品药品检验所、辽宁省食品药品检验检测院、深圳出入境检验检疫局食品检验检疫技术中心、山东省食品药品检验研究院、湖北省食品药品监督检验研究院。

主要起草人：余晓琴，李道霞，黄丽娟，成长玉，李澍才，唐昌云

本DOCX文档由 www.zciku.com/中词库网 生成，海量范文文档任你选，，为你的工作锦上添花,祝你一臂之力！