



中华人民共和国国家标准

GB/T 23408—2009

蜂蜜中大环内酯类药物残留量测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of macrolides residues in honey—
LC-MS/MS method

2009-03-28 发布

2009-07-01 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 和附录 C 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：吴斌、徐锦忠、陈惠兰、刘艳、黄娟、魏云计、蒋原、陶宏锦。

蜂蜜中大环内酯类药物残留量测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了蜂蜜中大环内酯类药物残留量液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于蜂蜜中罗红霉素、替米考星、泰乐菌素、北里霉素、交沙霉素、竹桃霉素、螺旋霉素-I、红霉素残留量的测定。

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—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 方法提要

试样用碱性溶液提取,经固相萃取柱净化,洗脱液浓缩定容后,用液相色谱-质谱/质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 碳酸钠。

4.3 碳酸氢钠。

4.4 甲醇-水(2+8,体积比):量取 20 mL 甲醇(4.1)与 80 mL 水混合。

4.5 甲醇-水(4+6,体积比):量取 40 mL 甲醇(4.1)与 60 mL 水混合。

4.6 替米考星(Tilmicosin,CAS号:108050-54-0)、螺旋霉素-I(Spiramycin-I,CAS号:8025-81-8)、竹桃霉素(Oleandomycin,CAS号:7060-74-4)、红霉素(Erythromycin,CAS号:114-07-8)、罗红霉素(Roxithromycin,CAS号:80214-83-1)、泰乐菌素(Tylosin,CAS号:1405-54-5)、北里霉素(Kitasamycin,CAS号:8059-95-8)和交沙霉素(Josamycin,CAS号:16846-24-5)标准物:纯度 $\geq 92\%$ 。

4.7 大环内酯类药物标准储备溶液:1.0 mg/mL。准确称取(精确至 0.1 mg)适量的大环内酯类药物标准物质(4.6),用甲醇(4.1)配成 1.0 mg/mL 的标准储备液。储备液贮存在 4℃ 冰箱中,可使用 2 个月。

4.8 空白样品提取液:用不含药物残留的样品,按照 7.1 制备空白样品溶液。

4.9 大环内酯类药物标准工作溶液:用空白样品提取液分别配成大环内酯类药物浓度为 5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL 的标准工作溶液,现用现配。

4.10 0.1 mol/L 碳酸钠-碳酸氢钠(pH9.3)缓冲溶液:称取 5.3 g 碳酸钠(4.2)和 4.2 g 碳酸氢钠(4.3)溶于 800 mL 水中,用稀氢氧化钠或稀盐酸调节 pH 为 9.3,加水稀释至 1 000 mL。

4.11 聚苯乙烯吡咯烷酮填料固相萃取柱或相当者:60 mg,3 mL。使用前分别用 3 mL 甲醇和 5 mL 水预处理,保持柱体湿润。