



中华人民共和国国家标准

GB/T 22948—2008

蜂王浆中三甲氧苄氨嘧啶残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of trimethoprim residues in royal jelly—
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。

本标准主要起草人：曹彦忠、贾光群、张进杰、石玉秋、王占英、庞国芳。

蜂王浆中三甲氧苄氨嘧啶残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了蜂王浆中三甲氧苄氨嘧啶残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于蜂王浆中三甲氧苄氨嘧啶残留量的测定。

本标准的方法检出限为 2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

蜂王浆中残留的三甲氧苄氨嘧啶用去离子水提取,三氯乙酸沉淀蛋白,离心后,上清液经 Oasis MCX 离子交换柱¹⁾或相当的固相萃取柱净化,用氨水-甲醇洗脱并蒸干,残渣用乙腈-0.1%甲酸水溶液溶解。样品溶液供液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

- 4.1 水:GB/T 6682,一级。
- 4.2 甲醇:色谱纯。
- 4.3 乙腈:色谱纯。
- 4.4 三氯乙酸:优级纯。
- 4.5 甲酸:优级纯。
- 4.6 氨水:分析纯。
- 4.7 三氯乙酸溶液:50%(质量分数)。20 g 三氯乙酸(4.4)溶于 20 mL 水中。
- 4.8 2%甲酸溶液:吸取 2 mL 甲酸(4.5)用水稀释至 100 mL。
- 4.9 0.1%甲酸溶液:吸取 1 mL 甲酸(4.5)用水稀释至 1 000 mL。
- 4.10 流动相:乙腈-0.1%甲酸溶液(7+13)。
- 4.11 氨水-甲醇溶液(1+19):5 mL 氨水(4.6)与 95 mL 甲醇(4.2)混合均匀。
- 4.12 三甲氧苄氨嘧啶标准物质(CAS:738-70-5):纯度 $\geq 99\%$ 。
- 4.13 0.1 mg/mL 标准储备溶液:准确称取适量的标准物质(4.12),用甲醇配成 0.1 mg/mL 的标准储备

1) Oasis MCX 离子交换柱是 Waters 公司产品的商品名称,给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。