



中华人民共和国国家标准

GB/T 21168—2007

蜂蜜中泰乐菌素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

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

2007-10-31 发布

2008-04-01 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 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、中华人民共和国河南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：吴斌、魏蔚、沈伟健、徐锦忠、陈惠兰、沈崇钰、赵增运、黄娟、蒋原、陶宏锦。

蜂蜜中泰乐菌素残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了蜂蜜中泰乐菌素 A 残留量液相色谱-串联质谱测定方法提要、测定步骤和结果计算。本标准适用于蜂蜜中泰乐菌素 A 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—1992, neq ISO 3696:1987)

3 方法提要

试样用碱性溶液溶解后,泰乐菌素药物残留用固相萃取柱萃取,洗脱液浓缩后用甲醇溶液定容,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:应符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 甲醇:HPLC 级。

4.3 碳酸钠:分析纯。

4.4 碳酸氢钠:分析纯。

4.5 甲醇+水(2+8):量取 20 mL 甲醇(4.2)与 80 mL 水混合。

4.6 固相萃取柱:HLB 或相当者,60 mg,3 mL。

4.7 泰乐菌素 A 标准:纯度 $\geq 95\%$ 。

4.8 泰乐菌素 A 标准储备溶液:1.0 mg/mL。准确称取适量的泰乐菌素标准物质(4.7),用甲醇配成 1.0 mg/mL 的标准储备液。储备液贮存在 4 ℃ 冰箱中,可使用两个月。

4.9 泰乐菌素 A 标准工作溶液:用空白样品提取液分别配成泰乐菌素浓度为 2.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100.0 ng/mL、200.0 ng/mL 标准工作溶液。标准工作溶液在 4 ℃ 保存,可使用一周。

4.10 $\text{Na}_2\text{CO}_3\text{-NaHCO}_3$ 缓冲液(0.1 mol/L):称取 5.3 g 碳酸钠和 4.2 g 碳酸氢钠用适量水溶解后,稀释至 1 000 mL。

5 仪器

5.1 液相色谱-串联质谱仪:配有电喷雾离子源。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g 各一台。

5.3 氮吹仪。

5.4 旋涡混匀器。

5.5 贮液器:50 mL。