

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2576—2010

进出口蜂王浆中林可酰胺类 药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of lincosamides residues in
royal jelly for import and export—LC-MS/MS

2010-05-27 发布

2010-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国浙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：谢文、陈笑梅、丁慧瑛、钱艳、韩超。

进出口蜂王浆中林可酰胺类 药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了进出口蜂王浆中林可酰胺类药物残留量测定的制样和液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于蜂王浆中林可霉素、氯林可霉素和吡利霉素残留量的测定。

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 方法提要

用甲醇沉淀样品中蛋白质,上清液加磷酸盐缓冲溶液稀释后,用固相萃取小柱净化,液相色谱-质谱/质谱测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 乙腈:高效液相色谱级。
- 4.2 甲醇:高效液相色谱级。
- 4.3 甲酸:高效液相色谱级。
- 4.4 氢氧化钠。
- 4.5 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 4 g 氢氧化钠,并用水稀释至 1 L。
- 4.6 甲醇水溶液:甲醇+水(3+7,体积比)。
- 4.7 磷酸盐缓冲溶液:溶解 13.8 g 磷酸二氢钠于 950 mL 水中,用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调节溶液 pH 值到 8.0,最后用水稀释至 1 L。
- 4.8 林可霉素盐酸盐(Lincomycin hydrochloride monohydrate, CAS No. 859-18-7, 分子式 $C_{18}H_{34}N_2O_5SxHCl$)标准品:纯度大于等于 99.5%。氯林可霉素盐酸盐(Clindamycin hydrochloride, CAS No. 21462-39-5, 分子式 $C_{18}H_{33}ClN_2O_5SxHCl$)标准品:纯度大于等于 94.5%。吡利霉素盐酸盐(Pirlimycin hydrochloride, CAS No. 79548-73-5, 分子式 $C_{17}H_{31}ClN_2O_5SxHCl$)标准品:纯度大于等于 86.4%。
- 4.9 林可霉素、氯林可霉素、吡利霉素标准储备溶液:分别称取经折算适量标准品(4.8),分别用甲醇溶解定容至 100 mL,溶液浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$,1 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。有效期 3 个月。