

ICS 67.180.10
X 31



中华人民共和国国家标准

GB/T 18932.23—2003

GB/T 18932.23—2003

蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、 强力霉素残留量的测定方法 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of oxytetracycline, tetracycline,
chlortetracycline and doxycycline residues in honey—
LC-MS-MS method

中华人民共和国
国家标准
蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、
强力霉素残留量的测定方法
液相色谱-串联质谱法
GB/T 18932.23—2003

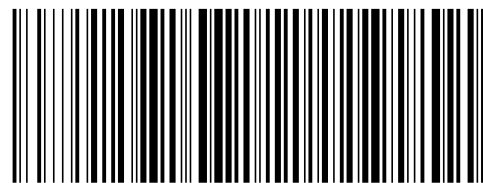
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 13 千字
2004年2月第一版 2004年2月第一次印刷
印数 1—1 000

*
书号:155066·1-20283 定价 10.00 元
网址 www.bzcbbs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 18932.23—2003

2003-12-26 发布

2004-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

附录 B
(资料性附录)
回收率

本部分中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素添加浓度及其平均回收率的试验数据见表 B.1。

表 B.1 土霉素、四环素、金霉素、强力霉素添加浓度及其平均回收率的试验数据

药物名称	添加浓度/(mg/kg)	平均回收率/(%)
土霉素	0.002	88.0
	0.010	95.3
	0.050	93.6
	0.100	95.8
四环素	0.002	81.9
	0.010	82.6
	0.050	84.5
	0.100	89.3
金霉素	0.002	87.2
	0.010	86.0
	0.050	86.6
	0.100	90.8
强力霉素	0.002	85.2
	0.010	85.3
	0.050	86.8
	0.100	87.9

前 言

GB/T 18932 的本部分修改采用加拿大标准 ACC-042-V1.0《蜂蜜中四环素残留量测定——液相色谱质谱法》，修改的主要内容是：

- 淋洗液由甲醇改为乙酸乙酯；
- 增加了羧酸型阴离子交换柱净化；
- 单四极杆质谱检测器改为串联四极杆质谱检测器。

本部分的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本部分由国家质量监督检验检疫总局提出。

本部分由中华全国供销合作总社归口。

本部分起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：庞国芳、张进杰、曹彦忠、贾光群、范春林、刘永明、李学民、石玉秋。

本部分系首次发布的国家标准。

表 2 四种四环素族抗生素参考保留时间

抗生素名称	保留时间/min	抗生素名称	保留时间/min
土霉素	3.33	金霉素	8.04
四环素	3.89	强力霉素	12.07

7.4 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤同时完成空白试验。

8 结果计算

结果按式(1)计算:

$$X = c \cdot \frac{V}{m} \cdot \frac{1\ 000}{1\ 000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中被测组分残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c——从标准工作曲线得到的被测组分溶液浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V——样品溶液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m——样品溶液所代表最终试样的质量,单位为克(g)。

注:计算结果应扣除空白值。

9 精密度

本部分的精密度数据是按照 GB/T 6379 的规定确定的,重复性和再现性的值以 95%的可信度来计算。

9.1 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素含量范围及重复性方程见表 3。

如果差值超过重复性限,应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

9.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素的含量范围及再现性方程见表 3。

表 3 含量范围及重复性和再现性方程

名称	含量范围/(mg/kg)	重复性限 r	再现性 R
土霉素	0.002~0.100	$\lg r = 0.966\ 8 \lg m - 0.868\ 6$	$\lg R = 1.009\ 6 \lg m - 0.659\ 7$
四环素	0.002~0.100	$\lg r = 0.948\ 4 \lg m - 0.837\ 0$	$\lg R = 1.161\ 1 \lg m - 0.231\ 7$
金霉素	0.002~0.100	$\lg r = 0.839\ 5 \lg m - 1.087\ 2$	$\lg R = 0.906\ 0 \lg m - 0.813\ 6$
强力霉素	0.002~0.100	$\lg r = 0.920\ 9 \lg m - 0.846\ 2$	$\lg R = 0.989\ 9 \lg m - 0.650\ 4$

注: m 为两次测定结果的算术平均值。

蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、 强力霉素残留量的测定方法 液相色谱-串联质谱法

1 范围

GB/T 18932 的本部分规定了蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本部分适用于蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定。

本部分的方法检出限:土霉素、四环素为 0.001 mg/kg;金霉素、强力霉素为 0.002 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 18932 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注明日期的引用文件,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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6379 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性(GB/T 6379—1986, neq ISO 5725:1981)

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 原理

试样中四环素族抗生素残留,用 0.1 mol/L $\text{Na}_2\text{EDTA-McIlvaine}$ ($\text{pH}=4.0 \pm 0.05$)缓冲溶液提取提取液经离心后,上清液用 Oasis HLB 或相当的固相萃取柱和阴离子交换柱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 甲醇:色谱纯。
- 4.2 乙腈:色谱纯。
- 4.3 乙酸乙酯:色谱纯。
- 4.4 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$):优级纯。
- 4.5 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 4.6 乙二胺四乙酸二钠($\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。
- 4.7 草酸。
- 4.8 磷酸氢二钠溶液:0.2 mol/L。称取 28.41 g 磷酸氢二钠(4.4),用水溶解,定容至 1 000 mL。
- 4.9 柠檬酸溶液:0.1 mol/L。称取 21.01 g 柠檬酸(4.5),用水溶解,定容至 1 000 mL。
- 4.10 McIlvaine 缓冲溶液:将 1000 mL 0.1 mol/L 柠檬酸溶液(4.9)与 625 mL 0.1 mol/L 磷酸氢二钠溶液(4.8)混合,必要时用 NaOH 或 HCl 调 $\text{pH}=4.0 \pm 0.05$ 。
- 4.11 $\text{Na}_2\text{EDTA-McIlvaine}$ 缓冲溶液:0.1 mol/L。称取 60.5 g 乙二胺四乙酸二钠(4.6)放入 1 625 mL McIlvaine 缓冲溶液(4.10)中,使其溶解,摇匀。