

ICS 67.050  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22943—2008

GB/T 22943—2008

## 蜂蜜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 honey—  
LC-MS-MS method

中华人民共和国  
国家标准  
蜂蜜中三甲氧苄氨嘧啶残留量的测定  
液相色谱-串联质谱法  
GB/T 22943—2008

\*

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

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36405 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 22943-2008

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

附录 B  
(资料性附录)  
回收率

本方法中三甲氧苄氨嘧啶添加浓度及平均回收率的试验数据见表 B.1。

表 B.1 三甲氧苄氨嘧啶添加浓度及平均回收率的试验数据

化合物名称	添加浓度/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/%
三甲氧苄氨嘧啶	2.0	104.1
	5.0	99.0
	10.0	101.8
	50.0	104.3

## 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、杨志伟、石玉秋、孙海侠、庞国芳。

## 8 结果计算

蜂蜜中三甲氧苄氨嘧啶残留量的测定结果按式(1)计算。

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

式中:

$X$ ——试样中被测组分残留量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );

$c$ ——从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );

$V$ ——样品溶液定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$ ——样品溶液所代表试样的质量,单位为克( $\text{g}$ )。

计算结果应扣除空白值。

## 9 精密度

## 9.1 一般规定

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 规定确定的,其重复性和再现性的值是以 95% 的可信度来计算。

## 9.2 重复性

在重复性试验条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限  $r$ ,蜂蜜中三甲氧苄氨嘧啶添加浓度范围及重复性方程见表 3。

表 3 添加浓度范围及重复性和再现性方程 单位为微克每千克

化合物名称	添加浓度范围	重复性限 $r$	再现性限 $R$
三甲氧苄氨嘧啶	2.0~50.0	$\lg r = 0.878\ 0 \lg m - 1.212\ 9$	$\lg R = 1.311\ 9 \lg m - 0.978\ 7$
注: $m$ 为两次测定值的算术平均值。			

如果差值超过重复性限  $r$ ,应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

## 9.3 再现性

在再现性试验条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限  $R$ ,蜂蜜中三甲氧苄氨嘧啶的添加浓度范围及再现性方程见表 3。

## 蜂蜜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

本标准规定了蜂蜜中三甲氧苄氨嘧啶残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于蜂蜜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

蜂蜜中残留的三甲氧苄氨嘧啶用磷酸盐缓冲溶液( $\text{pH}=9$ )提取,过滤后,经 Oasis HLB<sup>1)</sup> 柱或相当的固相萃取柱净化,用甲醇洗脱并蒸干,残渣用流动相溶解,过  $0.2\ \mu\text{m}$  滤膜后,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 磷酸氢二钾( $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ):优级纯。

4.5 磷酸二氢钾:优级纯。

4.6 氢氧化钠:优级纯。

4.7 甲酸:优级纯。

4.8  $2.0\ \text{mol}/\text{L}$  氢氧化钠:称取  $8.0\ \text{g}$  氢氧化钠(4.6),定容至  $100\ \text{mL}$ 。

4.9  $0.1\%$  甲酸溶液:吸取  $1.0\ \text{mL}$  甲酸(4.7),用水稀释至  $1\ 000\ \text{mL}$ 。

4.10 淋洗液:甲醇溶液(2+3)。量取  $40\ \text{mL}$  甲醇(4.2)与  $60\ \text{mL}$  水混合。

4.11  $0.2\ \text{mol}/\text{L}$  磷酸盐缓冲溶液:称取  $43.86\ \text{g}$  磷酸氢二钾(4.4)和  $1.05\ \text{g}$  磷酸二氢钾(4.5),放入  $1\ 000\ \text{mL}$  烧杯中,加入  $800\ \text{mL}$  水溶解,用氢氧化钠(4.6)调至  $\text{pH}$  值为  $9.0$ ,再用水定容至  $1\ 000\ \text{mL}$ 。

4.12 流动相:乙腈- $0.1\%$  甲酸溶液(7+13)。

1) Oasis HLB 固相萃取柱是 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。