

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2800—2011

进出口蜂王浆中四环素类兽药残留量检测 方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of tetracyclines residues in royal jelly for import and
export—HPLC-MS/MS method

2011-02-25 发布

2011-07-01 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。

本标准起草单位：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈笑梅、黄超群、谢文、丰金平、刘海山。

进出口蜂王浆中四环素类兽药残留量检测

方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了蜂王浆中土霉素(oxytetracycline, OTC)、四环素(tetracycline, TC)、去甲金霉素(demethylchlortetracycline, DMCTC)、金霉素(chlortetracycline, CTC)和强力霉素(doxycycline, DC)残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于蜂王浆中土霉素、四环素、去甲金霉素、金霉素和强力霉素残留量的测定。

2 方法提要

试样中的待测抗生素用EDTA-McIlvaine缓冲液提取,甲醇沉淀样品中的蛋白质,清液过HLB固相萃取柱和COOH型离子交换柱净化。液相色谱-串联质谱法测定样品中的待测物,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯,水为超纯水。

- 3.1 甲醇:液相色谱级试剂。
- 3.2 乙腈:液相色谱级试剂。
- 3.3 乙酸乙酯:液相色谱级试剂。
- 3.4 草酸($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$)。
- 3.5 磷酸氢二钠。
- 3.6 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)。
- 3.7 乙二胺四乙酸二钠($Na_2 \cdot EDTA$)。
- 3.8 氢氧化钠。
- 3.9 0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液:称取 28.41 g 磷酸氢二钠溶于适量水,再定容至 1 000 mL。
- 3.10 0.1 mol/L 柠檬酸溶液:称取 21.01 g 柠檬酸溶于适量水,再定容至 1 000 mL。
- 3.11 McIlvaine 缓冲溶液:将 625 mL 0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液(3.9)与 1 000 mL 0.1 mol/L 柠檬酸溶液(3.10)混合,用磷酸调节 pH=4.0。
- 3.12 EDTA-McIlvaine 缓冲溶液:称取 60.5 g 乙二胺四乙酸二钠,加入 1 625 mL McIlvaine 缓冲溶液(3.11)中,使其溶解摇匀。
- 3.13 氢氧化钠溶液:1 mol/L。
- 3.14 5%(体积分数)甲醇水溶液,将 5 mL 甲醇与 95 mL 水混合摇匀。
- 3.15 甲醇-乙酸乙酯混合液:将 10 mL 甲醇与 90 mL 乙酸乙酯混合摇匀。
- 3.16 0.01 mol/L 草酸溶液:称取 1.26 g 草酸溶于适量水,再定容至 1 000 mL。
- 3.17 草酸-乙腈混合液(80+20,体积比):将 80 mL 草酸溶液(3.16)与 20 mL 乙腈混合摇匀。
- 3.18 四环素族抗生素标准品:土霉素盐酸盐(OTC·HCl)纯度大于等于 97.9%,四环素盐酸盐(TC·HCl)纯度大于等于 97.0%,去甲金霉素盐酸盐(DMCTC·HCl)纯度大于等于 99.0%,金霉素盐酸盐(CTC·HCl)纯度大于等于 99.0%,强力霉素(DC)纯度大于等于 96.5%。