

# SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1925—2007

---

## 进出口蜂产品中链霉素、双氢链霉素 残留量的检测方法 液相色谱-串联质谱法

Determination of streptomycin and dihydrostreptomycin residues in bee  
products for import and export—LC-MS/MS

2007-05-23 发布

2007-12-01 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

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

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：陈笑梅、谢文、迟浩超、陈小霞、单慧君、刘海山、俞春燕、奚君阳。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

## 进出口蜂产品中链霉素、双氢链霉素 残留量的检测方法 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了蜂产品中链霉素、双氢链霉素残留量的液相色谱串联质谱测定方法。

本标准适用于蜂蜜、蜂王浆和王浆冻干粉中链霉素、双氢链霉素残留量的检测。

### 2 试样制备与保存

取 500 g 代表性蜂蜜样品,未结晶的样品将其用力搅拌均匀,有结晶析出的样品可将样品瓶盖塞紧后,置于不超过 60℃ 的水浴中温热,等样品全部融化后搅匀,迅速冷却至室温。在融化时应注意防止水分挥发。制备好的试样均分成两份,分别装入样品瓶中,密封,并标明标记。一份作为试验样,另一份在 -18℃ 下保存。

取 500 g 代表性蜂王浆样品,在室温下解冻,等样品全部融化后搅匀,将试样均分成两份,分别装入样品瓶中,密封,并标明标记。一份作为试样,另一份于 -18℃ 保存。

在制样的操作过程中,应防止样品污染或发生残留物含量的变化。

### 3 方法提要

试样采用稀磷酸溶解提取(蜂王浆样品需加三氯乙酸沉淀蛋白质),经高速离心后再用阳离子交换柱和 Oasis(HLB)固相萃取小柱净化,液相色谱串联质谱测定,离子丰度比定性,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,水为二次蒸馏水。

- 4.1 甲醇:高效液相色谱级。
- 4.2 正己烷:高效液相色谱级。
- 4.3 乙腈:高效液相色谱级。
- 4.4 磷酸:≥85%。
- 4.5 冰乙酸。
- 4.6 三氯乙酸。
- 4.7 庚烷磺酸钠:高效液相色谱级。
- 4.8 叔丁基甲醚。
- 4.9 饱和氢氧化钠溶液。
- 4.10 0.3%乙酸水溶液:移取 3 mL 冰乙酸,用水定容至 1 000 mL。
- 4.11 0.3%乙酸乙腈溶液:移取 3 mL 冰乙酸,用乙腈定容至 1 000 mL。
- 4.12 叔丁基甲醚+正己烷溶液:(4+1,体积比)。
- 4.13 磷酸溶液(pH=2):1 000 mL 水中滴加磷酸,调节溶液 pH 为 2。
- 4.14 0.2 mol/L 磷酸盐缓冲溶液(pH=8):称取 33.46 g 磷酸氢二钾和 1.05 g 磷酸二氢钾于 950 mL 水中,用磷酸调节溶液 pH 为 8,加水定容至 1 000 mL。
- 4.15 50%三氯乙酸溶液:称取 100 g 三氯乙酸溶于适量水,并用水稀释至 100 mL。
- 4.16 0.5 mol/L 庚烷磺酸钠溶液:称取 11 g 庚烷磺酸钠溶于适量水,并用水稀释至 100 mL。