



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

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。