



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

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 HLB¹⁾ 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 μm 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 mol/L 氢氧化钠:称取 8.0 g 氢氧化钠(4.6),定容至 100 mL。

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

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

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