



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 18932.17—2003

---

## 蜂蜜中 16 种磺胺残留量的测定方法 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of sixteen sulfonamides 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
蜂蜜中 16 种磺胺残留量的测定方法  
液相色谱-串联质谱法  
GB/T 18932.17—2003

\*

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

<http://www.bzcbs.com>

电话:63787337、63787447

2004 年 2 月第一版 2004 年 12 月电子版制作

\*

书号: 155066 · 1-20277

版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

## 前 言

GB/T 18932 的本部分修改采用加拿大标准 ACC-056-V2.0《蜂蜜中磺胺残留量测定方法——高效液相色谱-质谱测定法》，修改的主要内容是：

- 测定品种有所调整；
- 增加了苯磺酸型阳离子交换柱和 Oasis HLB 柱净化步骤；
- 使用的液相色谱柱和流动相不同；
- 单四极杆质谱检测器换成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。

本部分由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

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、曹彦忠、张进杰、贾光群、范春林、李学民、刘永明、石玉秋。

本部分系首次发布的国家标准。

# 蜂蜜中 16 种磺胺残留量的测定方法

## 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 16 种磺胺残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本部分适用于蜂蜜中 16 种磺胺残留量的测定。

本部分的方法检出限:磺胺甲噻二唑为 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ;磺胺醋酰、磺胺嘧啶、磺胺吡啶、磺胺二甲异噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺氯吡啶、磺胺-6-甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺甲基异噻唑为 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ;磺胺噻唑、磺胺甲氧吡啶、磺胺间二甲氧嘧啶为 4.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ;磺胺甲氧嘧啶、磺胺二甲嘧啶为 8.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ;磺胺苯吡唑为 12.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 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 通过实验室间实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

蜂蜜中磺胺类药物残留用磷酸溶液( $\text{pH}=2$ )提取,过滤后,经阳离子交换柱和 Oasis HLB 或相当的固相萃取柱净化,用甲醇洗脱并蒸干,残渣用乙腈+乙酸铵溶液(0.1 mol/L)溶解。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

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 磷酸:优级纯。
- 4.4 庚烷磺酸钠( $\text{C}_7\text{H}_{15}\text{SO}_3\text{Na} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ):色谱纯。
- 4.5 乙酸铵。
- 4.6 磷酸二氢钾:优级纯。
- 4.7 磷酸氢二钾:优级纯。
- 4.8 磷酸溶液: $\text{pH}=2$ 。1 000 mL 水中加入 1 mL 磷酸(4.3),在 pH 计上再滴加磷酸以调节溶液  $\text{pH}=2$ 。
- 4.9 磷酸盐缓冲溶液:0.2 mol/L,  $\text{pH}=8$ 。分别称取 1.05 g 磷酸二氢钾(4.6)和 33.46 g 磷酸氢二钾(4.7),用水溶解,定容至 1 000 mL。
- 4.10 庚烷磺酸钠溶液:0.5 mol/L。称取 11 g 庚烷磺酸钠(4.4),用水溶解,定容至 100 mL。