



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23409—2009

---

## 蜂王浆中土霉素、四环素、 金霉素、强力霉素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of residues of oxytetracycline, tetracycline,  
chlortetracycline, and doxycycline in royal jelly—  
LC-MS/MS method

2009-03-28 发布

2009-07-01 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 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：徐锦忠、丁涛、张晓燕、魏云计、章宇、刘艳、李丽花、吴斌、蒋原、陶宏锦。

# 蜂王浆中土霉素、四环素、 金霉素、强力霉素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

## 1 范围

本标准规定了蜂王浆中四环素、土霉素、金霉素、强力霉素残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。本标准适用于蜂王浆中四环素、土霉素、金霉素、强力霉素残留量的测定。

## 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

## 3 方法提要

试样用提取液提取后，调节溶液的 pH 值，用固相萃取柱萃取，洗脱液浓缩后用甲醇水溶液定容，液相色谱-串联质谱仪测定，外标法定量。

## 4 试剂和材料

除非另有说明，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 甲酸：色谱纯。

4.3 三氯乙酸。

4.4 氢氧化钠。

4.5 甲醇-水：(2+8, 体积比)：量取 20 mL 甲醇(4.1)与 80 mL 水混合。

4.6 甲醇-水：(3+7, 体积比)：量取 30 mL 甲醇(4.1)与 70 mL 水混合。

4.7 1%三氯乙酸水溶液：称取 10 g 三氯乙酸于 200 mL 水中，溶解后，加水至 1 L。

4.8 1.0 mol/L 磷酸氢二钠水溶液：称取 358 g 磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )于 600 mL 水中，溶解后，加水至 1 L。

4.9 四环素(Tetracycline, CAS 号：64-75-5)、土霉素(Oxytetracycline, CAS 号：2058-46-0)、金霉素(Chlortetracycline, CAS 号：57-62-5)、强力霉素(Doxycycline, CAS 号：24390-14-5)标准物：纯度  $\geq 95\%$ 。

4.10 四环素、土霉素、金霉素、强力霉素药物标准储备溶液：1.0 mg/mL。准确称取适量的四环素、土霉素、金霉素、强力霉素药物标准物质，用甲醇配成 1.0 mg/mL 的标准储备液。储备液贮存在  $-18\text{ }^\circ\text{C}$  冰柜中，可使用 6 个月。

4.11 空白样品提取液：用不含四环素类药物残留的样品，按照 7.1 制备空白样品溶液。

4.12 四环素、土霉素、金霉素、强力霉素药物标准工作溶液：用空白样品提取液(4.11)分别配成四环素、土霉素、金霉素、强力霉素药物浓度为 5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL 标准工作溶液，标准工作溶液在  $4\text{ }^\circ\text{C}$  保存，现用现配。