



中华人民共和国国家标准

GB/T 22959—2008

河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中氯霉素、甲矾霉素 和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of chloramphenicol, thiamphenicol and
florfenicol residues in fugu, eel and baked eel—
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、中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：林海丹、李宪华、谢守新、林峰、黄华军、邵琳智、庞国芳。

河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中氯霉素、甲砒霉素 和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中氯霉素(chloramphenicol)、甲砒霉素(thiamphenicol)和氟苯尼考(florfenicol)及其代谢物氟苯尼考胺(florfenicol amine)残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中的氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考和氟苯尼考胺残留量的测定。

本标准的方法检出限:河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中氯霉素为 $0.1 \mu\text{g}/\text{kg}$,甲砒霉素、氟苯尼考和氟苯尼考胺为 $1.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

样品中的氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考和氟苯尼考胺在碱性条件下,用乙酸乙酯提取,提取液旋转蒸发挥发干,残渣以水溶解,经正己烷液液分配脱脂。液相色谱-串联质谱仪检测,氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考以内标法峰面积定量,氟苯尼考胺以外标法峰面积定量。

4 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙酸乙酯。

4.3 正己烷。

4.4 氨水:25%~28%。

4.5 无水硫酸钠:使用前经 $650 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4 h。

4.6 标准物质:氯霉素(CAS:56-75-7)、甲砒霉素(CAS:15318-45-3)和氟苯尼考(CAS:76639-94-6),纯度 $\geq 99.5\%$;氟苯尼考胺,纯度 $\geq 98.0\%$ 。

4.7 内标标准液:氘代氯霉素(d_5 -氯霉素), $100 \mu\text{g}/\text{mL}$,溶剂为乙腈,氘化度 $\geq 98\%$ 。

4.8 $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备液:分别准确称取适量的氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考和氟苯尼考胺标准物质(4.6),用甲醇分别配成 $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。该溶液于 $-18 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存。

4.9 $1 \mu\text{g}/\text{mL}$ 氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考混合标准储备液:分别准确吸取 1.00 mL 氯霉素、甲砒霉