

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20756—2006

可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、 甲砜霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of chloramphenicol, thiamphenicol, and florfenicol residues in edible animal muscles, liver and aquatic products—
LC-MS-MS method

2006-12-31 发布

2007-03-01 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 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局归口。

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：庞国芳、林海丹、林峰、焦红、陈捷。

本标准系首次发布的国家标准。

可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、 甲砜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

本标准规定了可食动物肌肉、肝脏、鱼和虾中氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于可食动物肌肉、肝脏、鱼和虾中氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考残留量的测定。

本标准方法的检出限:氯霉素为 $0.1 \mu\text{g}/\text{kg}$, 甲砜霉素和氟苯尼考为 $1.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中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—1992, neq ISO 3696:1987)

3 原理

样品中的氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考在碱性条件下,用乙酸乙酯提取,提取液旋转蒸干后,残渣用水溶解,经正己烷液液分配脱脂。液相色谱-串联质谱仪检测。

4 试剂

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 乙酸乙酯。

4.3 正己烷。

4.4 氢氧化铵:25%~28%。

4.5 无水硫酸钠:经 650°C 灼烧 4 h,置于干燥器中备用。

4.6 氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考标准物质:纯度 $\geqslant 99.5\%$ 。

4.7 氯代氯霉素内标标准溶液: $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.8 标准储备溶液: $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。分别准确称取适量的氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考标准物质,用甲醇配成 $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液,该溶液于 -18°C 保存,可使用 1 年。

4.9 混合标准储备溶液: $1 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。分别准确吸取 1 mL 氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考标准储备溶液(4.8)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度。该溶液于 -18°C 保存,可使用 6 个月。

4.10 中间浓度混合标准溶液: $20 \text{ ng}/\text{mL}$ 。准确吸取 1 mL 混合标准储备溶液(4.9)于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。该溶液于 4°C 保存,可使用 3 个月。