

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20755—2006

GB/T 20755—2006

畜禽肉中九种青霉素类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of nine penicillins residues in
livestock and poultry muscles—
LC-MS-MS method

中华人民共和国
国家标准
畜禽肉中九种青霉素类药物残留量的测定
液相色谱-串联质谱法
GB/T 20755—2006

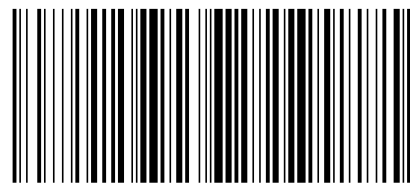
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2007年3月第一版 2007年3月第一次印刷

*
书号:155066·1-28935 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 20755—2006

2006-12-31 发布

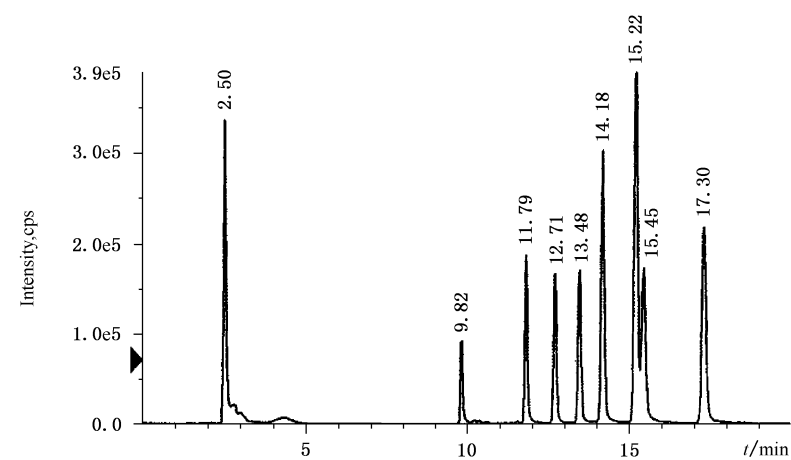
2007-03-01 实施

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

附录 A
(资料性附录)

九种青霉素标准物质的总离子流图

九种青霉素标准物质的总离子流图,见图 A.1。



- 1—阿莫西林, 2.50 min;
- 2—氨苄西林, 9.82 min;
- 3—哌拉西林, 11.79 min;
- 4—青霉素 G, 12.71 min;
- 5—青霉素 V, 13.48 min;
- 6—苯唑西林, 14.18 min;
- 7—氯唑西林, 15.22 min;
- 8—萘夫西林, 15.45 min;
- 9—双氯西林, 17.30 min。

图 A.1 九种青霉素标准物质的总离子流图

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。

本标准主要起草人: 庞国芳、李学民、张进杰、曹彦忠、刘晓茂、范春林、刘永明、赵为。

本标准系首次发布的国家标准。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差 %

相对离子丰度	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差	±20	±25	±30	±50

6.2.3.2 定量测定

用九种青霉素标准储备溶液配成的基质混合标准溶液(4.11)分别进样,以标准工作溶液浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。用标准工作曲线对样品进行定量,样品溶液中九种青霉素的响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述色谱条件下,九种青霉素标准物质的总离子流图参见图 A.1。九种青霉素的保留时间见表 4。

表 4 九种青霉素的参考保留时间

青霉素名称	保留时间/min
阿莫西林	2.50
氨苄西林	9.82
哌拉西林	11.79
青霉素 G	12.71
青霉素 V	13.48
苯唑西林	14.18
氯唑西林	15.22
萘夫西林	15.45
双氯西林	17.30

本方法的添加回收率数据参见表 B.1。

6.3 平行试验

按上述步骤,对同一试样进行平行试验测定。

6.4 空白试验

除不称取试样外,均按上述分析步骤进行。

7 结果计算

试样中青霉素残留量利用数据处理系统计算或按式(1)计算:

$$X = c \times \frac{V}{m} \times \frac{1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中被测组分残留量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

c——从标准工作曲线得到的试样溶液中被测组分的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m——最终试样溶液所代表的试样质量,单位为克(g)。

注:计算结果需将空白值扣除。

8 精密度

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 规定确定的,其重复性和再现性的值以 95%的可信度来计算。

8.1 重复性

在重复性试验条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限 r,试样中九种青霉素

畜禽肉中九种青霉素类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛、羊、猪和鸡肉中九种青霉素类药物残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛、羊、猪和鸡肉中九种青霉素类药物残留量的测定。

本标准的方法检出限:萘夫西林为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$,青霉素 G 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,哌拉西林、青霉素 V、苯唑西林为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,阿莫西林、氨苄西林、氯唑西林、双氯西林为 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—1992,neq ISO 3696:1987)

3 原理

试样中青霉素类药物残留,用 0.15 mol/L 磷酸二氢钠($\text{pH}=8.5$)缓冲溶液提取,经离心,上清液用固相萃取柱净化,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,所用试剂均为优级纯,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 磷酸二氢钠(NaH_2PO_4)。

4.4 氢氧化钠。

4.5 乙酸。

4.6 乙腈+水(1+1):量取 50 mL 乙腈(4.2)与 50 mL 水混合。

4.7 氢氧化钠溶液:5 mol/L。称取 20 g 氢氧化钠(4.4),用水溶解,定容至 100 mL。

4.8 磷酸二氢钠缓冲溶液:0.15 mol/L。称取 18.0 g 磷酸二氢钠(4.3),用水溶解,定容至 1 000 mL,然后用氢氧化钠溶液(4.7)调节至 $\text{pH}=8.5$ 。

4.9 阿莫西林、氨苄西林、哌拉西林、青霉素 G、青霉素 V、苯唑西林、氯唑西林、萘夫西林、双氯西林九种青霉素标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.10 九种青霉素标准储备溶液:准确称取适量的每种标准物质(4.9),分别用水配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备溶液。储备液贮存在 -18°C 冰柜中。

4.11 九种青霉素标准工作溶液:根据需要吸取适量的每种青霉素标准储备溶液(4.10),用空白样品提