

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20756—2006

GB/T 20756—2006

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

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

中华人民共和国
国家标准
可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、
甲矾霉素和氟苯尼考残留量的测定
液相色谱-串联质谱法
GB/T 20756—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 14 千字
2007年3月第一版 2007年3月第一次印刷

*
书号:155066·1-28936 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 20756—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 B
(资料性附录)
回收率

氯霉素、甲矾霉素和氟苯尼考的添加浓度及其平均回收率的试验数据,见表 B.1。

表 B.1 氯霉素、甲矾霉素和氟苯尼考的添加浓度及其平均回收率的试验数据($n=10$)

| 样品基质 | 化合物名称 | 添加浓度/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$ | 平均回收率/ $(\%)$ |
|------|-------|---------------------------------|---------------|
| 肌肉 | 氯霉素 | 0.10 | 97.8 |
| | | 0.50 | 97.9 |
| | | 1.00 | 113.0 |
| | 甲矾霉素 | 1.00 | 101.0 |
| | | 2.00 | 104.0 |
| | | 4.00 | 99.8 |
| | 氟苯尼考 | 1.00 | 99.0 |
| | | 2.00 | 100.0 |
| | | 4.00 | 108.0 |
| 肝脏 | 氯霉素 | 0.10 | 100.0 |
| | | 0.50 | 98.0 |
| | | 1.00 | 105.0 |
| | 甲矾霉素 | 1.00 | 104.0 |
| | | 2.00 | 97.1 |
| | | 4.00 | 77.3 |
| | 氟苯尼考 | 1.00 | 103.0 |
| | | 2.00 | 106.0 |
| | | 4.00 | 99.1 |
| 鱼 | 氯霉素 | 0.10 | 118.0 |
| | | 0.50 | 112.0 |
| | | 1.00 | 108.0 |
| | 甲矾霉素 | 1.00 | 97.0 |
| | | 2.00 | 97.3 |
| | | 4.00 | 91.7 |
| | 氟苯尼考 | 1.00 | 90.0 |
| | | 2.00 | 92.9 |
| | | 4.00 | 86.2 |

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、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。

7.4 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.5 回收率试验

阴性样品中添加标准溶液,按 7.1~7.2 操作,测定后计算样品添加的回收率。

8 结果计算

结果按式(1)计算:

$$X = c_s \times \frac{A}{A_s} \times \frac{c_i}{c_{si}} \times \frac{A_{si}}{A_i} \times \frac{V}{m} \times \frac{1\ 000}{1\ 000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

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

c_s ——基质标准工作溶液中被测物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

A——试样溶液中被测物的色谱峰面积;

A_s ——基质标准工作溶液中被测物的色谱峰面积;

c_i ——试样溶液中内标物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

c_{si} ——基质标准工作溶液中内标物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

A_{si} ——基质标准工作溶液中内标物的色谱峰面积;

A_i ——试样溶液中内标物的色谱峰面积;

V——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m——试样溶液所代表试样的质量,单位为克(g)。

注:计算结果应扣除空白值。

9 精密度

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

9.1 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限 r ,被测物的含量范围及重复性方程见表 3 和表 4。

表 3 氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的含量范围及重复性和再现性方程(基质为动物肌肉)

| 化合物名称 | 含量范围/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$ | 重复性限 r | 再现性限 R |
|-------|---------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| 氯霉素 | 0.050 0~1.00 | $r=0.075m+0.018\ 6$ | $R=0.114\ 2m+0.017\ 4$ |
| 甲砒霉素 | 0.500~4.00 | $r=0.252m+0.103$ | $R=0.264+0.102$ |
| 氟苯尼考 | 0.500~4.00 | $\lg r=0.911\ 6\lg m-0.618$ | $\lg R=0.916\ 1\lg m-0.617$ |

注: m 为两次测定结果的算术平均值。

表 4 氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的含量范围及重复性和再现性方程(基质为动物肝脏)

| 化合物名称 | 含量范围/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$ | 重复性限 r | 再现性限 R |
|-------|---------------------------------|---------------------|---------------------|
| 氯霉素 | 0.050 0~1.00 | $r=0.143m+0.003\ 4$ | $R=0.196m+0.004\ 9$ |
| 甲砒霉素 | 0.500~4.00 | $r=0.228m+0.187$ | $R=0.292m+0.062\ 2$ |
| 氟苯尼考 | 0.500~4.00 | $r=0.164m+0.051\ 9$ | $R=0.205m+0.036$ |

注: m 为两次测定结果的算术平均值。

如果差值超过重复性限,应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

9.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限 R ,被测物的含量范围及再现性方程见表 3 和表 4。

可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、 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

本标准规定了可食动物肌肉、肝脏、鱼和虾中氯霉素、甲砒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、甲砒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 $0.1\ \mu\text{g}/\text{kg}$,甲砒霉素和氟苯尼考为 $1.0\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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、甲砒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、甲砒霉素和氟苯尼考标准物质:纯度 $\geq 99.5\%$ 。
- 4.7 氘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、甲砒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、甲砒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 ng/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。