

ICS 67.050  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20765—2006

GB/T 20765—2006

## 猪肝脏、肾脏、肌肉组织中维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for determination of virginiamycin M<sub>1</sub> residue  
in porcine liver, kidney and muscle tissues—  
LC-MS-MS method

中华人民共和国  
国家标准  
猪肝脏、肾脏、肌肉组织中维吉尼霉素 M<sub>1</sub>  
残留量的测定  
液相色谱-串联质谱法  
GB/T 20765—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

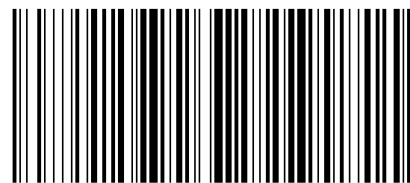
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
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:155066·1-28973 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 20765—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)  
标准物质总离子流图

维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 标准物质总离子流图, 见图 A.1。

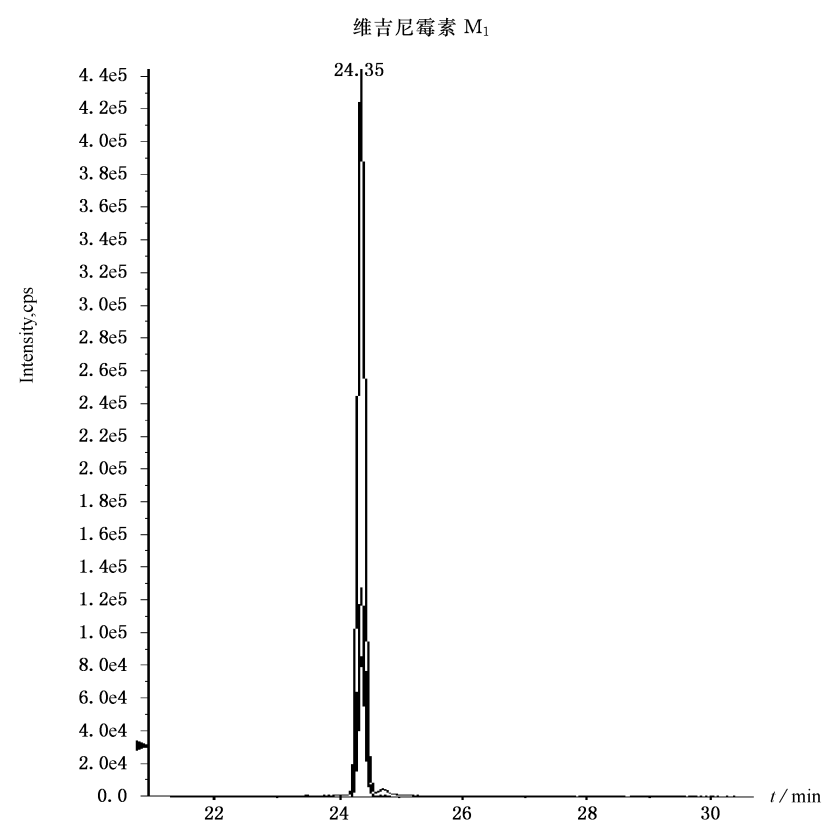


图 A.1 维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 标准物质总离子流图

## 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、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人: 庞国芳、李一尘、宋文斌、董振霖、李军、隋凯、姜莉。

本标准系首次发布的国家标准。

- h) 离子源温度(TEM):700℃;
- i) 定性离子对、定量离子对、采集时间(Dwell)、去簇电压(DP)、碰撞气能量(CE)、入口电压(EP)及碰撞室出口电压(CXP),见表2。

表2 维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 的质谱参数

定性离子对/ amu	定量离子对/ amu	采集时间/ ms	去簇电压/ V	碰撞气能量/ V	入口电压/ V	碰撞室出口 电压/V
526.3/336.9	526.3/336.9	200	80	20	11	15
526.3/355.1						
526.3/508.4						

### 7.3.3 液相色谱-串联质谱测定

#### 7.3.3.1 定性测定

每种被测组分选择1个母离子,2个以上子离子,在相同试验条件下,样品中待测物质和内标物的保留时间之比,也就是相对保留时间,与混合基质标准校准溶液中对应的相对保留时间偏差在±2.5%之内;且样品谱图中各组分定性离子的相对丰度与浓度接近的混合基质标准校准溶液谱图中对应的定性离子的相对丰度进行比较,若偏差不超过表3规定的范围,则可判定为样品中存在对应的待测物。

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	>10~20
允许的最大偏差	±20	±25	±30	±50

#### 7.3.3.2 定量测定

用标准工作溶液(4.19)分别进样,以峰面积为纵坐标,工作溶液浓度为横坐标,绘制标准工作曲线,用标准工作曲线对样品进行定量,样品溶液中维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 的响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述的色谱条件和质谱条件下,维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 的参考保留时间为24.35 min。维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 的标准总离子流图见图A.1。维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 的添加浓度及其平均回收率的试验数据参见表B.1。

#### 7.4 平行试验

按照以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

#### 7.5 回收率试验

空白样品中添加标准溶液按7.1和7.2操作,测定后计算样品添加的回收率。

### 8 结果计算

试样中维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 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(μg/kg);

c——从标准曲线上得到被测组分溶液的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m——样品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,其重复性和再现性的

## 猪肝脏、肾脏、肌肉组织中维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了猪肝脏、肾脏和肌肉组织中维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于猪肝脏、肾脏和肌肉组织中维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 残留量的测定。

本标准的方法检出限为:猪肝脏、肾脏和肌肉组织中维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 为0.25 μg/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。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379.1 测定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 测定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

试样中残留的维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 在甲醇+乙腈中匀浆提取、离心、取上清液用磷酸二氢铵缓冲溶液稀释,于C<sub>18</sub>固相萃取柱进行净化。将洗脱液中的维吉尼霉素 M<sub>1</sub> 用三氯甲烷分离萃取,去除水层。氮吹三氯甲烷至干,用甲酸铵缓冲溶液与甲醇混合液溶解并定容,供液相色谱-串联质谱仪测定。

### 4 试剂和材料

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 乙酸。

4.2 甲酸:色谱纯。

4.3 甲醇:色谱纯。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 三氯甲烷:色谱纯。

4.6 磷酸二氢铵:优级纯。

4.7 甲酸铵:优级纯。

4.8 磷酸二氢铵溶液:0.1 mol/L,称取11.50 g磷酸二氢铵(4.6),用水溶解定容至1 000 mL。

4.9 磷酸二氢铵溶液:0.01 mol/L,称取0.1 mol/L磷酸二氢铵溶液(4.8)100 mL,用水稀释定容至1 000 mL。

4.10 甲酸铵缓冲液:0.12 mol/L,pH=3.2,称取7.56 g甲酸铵(4.7),用水溶解,用甲酸(4.2)调节pH到3.2,定容至1 000 mL。

4.11 甲酸铵缓冲液:0.003 mol/L,pH=3.2,称取25.0 mL的甲酸铵缓冲液(4.10),用水稀释定容至