

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0670—2012
代替 SN 0670 1997

出口食品中泰乐菌素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of tylosin residues in food for export—
LC-MS/MS

2012-05-07 发布

2012-11-16 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN 0670—1997《出口禽蛋中泰乐菌素残留量检验方法 杯碟法》。

本标准与 SN 0670—1997 相比,主要技术内容变化如下:

- 修改了标准名称;
- 删去了抽样部分。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:谢文、丁慧瑛、钱艳、奚君阳、蔡靖毅。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN 0670—1997。

出口食品中泰乐菌素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了食品中泰乐菌素残留量的制样和液相色谱-质谱/质谱测定方法。
本标准适用于虾、猪肉、猪肝、猪肾、蛋和牛奶中泰乐菌素残留量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

3 方法提要

用甲醇提取样品中残留的泰乐菌素， C_{18} 固相萃取小柱净化，液相色谱-质谱/质谱测定，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈：色谱级。

4.2 甲醇：色谱级。

4.3 甲酸：色谱级。

4.4 正己烷：色谱级。

4.5 氢氧化钠。

4.6 磷酸二氢钠。

4.7 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液：称取 4 g 氢氧化钠，并用水稀释至 1 L。

4.8 甲醇水溶液：甲醇-水(2+8, 体积比)。

4.9 磷酸盐缓冲溶液：称取 13.8 g 磷酸二氢钠，溶解于 950 mL 水中，用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调节溶液 pH 至 8.0，最后用水稀释至 1 L。

4.10 泰乐菌素酒石酸盐标准品(Tylosin tartrate, CAS 号: 74610-55-2, $C_{50}H_{83}NO_{23}$): 纯度大于或等于 95%。

4.11 泰乐菌素标准储备溶液：称取经折算适量标准品(4.10)，用甲醇溶解，溶液浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ， $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷藏避光保存。有效期 3 个月。

4.12 标准工作溶液：根据需要用空白样品溶液将标准储备液稀释成 10 ng/mL 、12.5 ng/mL 、25 ng/mL 、75 ng/mL 、125 ng/mL 的标准工作溶液，相当于样品中含有 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、150 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、250 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 泰乐菌素。

4.13 C_{18} 固相萃取小柱，500 mg，或相当者，使用前依次用 5 mL 甲醇、5 mL 水和 5 mL 磷酸盐缓冲溶