



中华人民共和国国家标准

GB 31613.4—2022

食品安全国家标准 牛可食性组织中吡利霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

National food safety standard—
Determination of pirlimycin residue in bovine edible tissues
by liquid chromatography-tandem mass spectrometric method

2022-09-20 发布

2023-02-01 实施



中华人民共和国农业农村部
中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布
国家市场监督管理总局

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件系首次发布。

食品安全国家标准

牛可食性组织中吡利霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了牛可食性组织中吡利霉素残留检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。
本文件适用于牛肌肉、肝脏、肾脏和脂肪中吡利霉素的残留检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中残留的吡利霉素，用5%甲酸乙腈溶液提取，固相萃取柱净化，液相色谱-串联质谱测定，基质匹配标准溶液外标法定量。

5 试剂与材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈(CH₃CN)：色谱纯。

5.1.2 甲醇(CH₃OH)：色谱醇。

5.1.3 甲酸(HCOOH)：色谱纯。

5.1.4 无水硫酸钠(Na₂SO₄)。

5.1.5 氯化钠(NaCl)。

5.2 溶液配制

5.2.1 5%甲酸乙腈溶液：取甲酸5 mL，用乙腈稀释至100 mL。

5.2.2 0.1%甲酸乙腈溶液：取甲酸1 mL，用乙腈稀释至1 000 mL。

5.2.3 0.1%甲酸溶液：取甲酸1 mL，用水稀释至1 000 mL。

5.2.4 80%甲醇溶液：取甲醇80 mL，用水稀释至100 mL。

5.3 标准品

吡利霉素(Pirlimycin, C₁₇H₃₁ClN₂O₅S, CAS号:79548-73-5), 含量≥99.0%。

5.4 标准溶液的制备

5.4.1 标准储备液：精密称取吡利霉素标准品约10 mg，于10 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，配制成浓度为1 mg/mL的吡利霉素标准储备液。-18℃以下保存，有效期12个月。

5.4.2 标准中间液：精密量取吡利霉素标准储备液0.1 mL，于10 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，配制成浓度为10 μg/mL的吡利霉素标准中间液。2℃~8℃保存，有效期6个月。