



中华人民共和国国家标准

GB 31659.5—2022

食品安全国家标准 牛奶中利福昔明残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

National food safety standard—
Determination of rifaximin residue in milk
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

牛奶中利福昔明残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了牛奶中利福昔明残留检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。
本文件适用于牛奶中利福昔明残留量的测定。

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

试料中残留的利福昔明经乙腈提取后,用固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱法测定,基质匹配标准溶液外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

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。

5.1.1 乙腈(CH_3CN):色谱纯。

5.1.2 甲酸(CH_2O_2):色谱纯。

5.1.3 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。

5.2 溶液配制

5.2.1 20%乙腈溶液:取 20 mL 乙腈,用水稀释至 100 mL。

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

5.2.3 0.1%甲酸溶液:取 1 mL 甲酸,用水稀释至 1 000 mL。

5.3 标准品

利福昔明(Rifaximin, $\text{C}_{43}\text{H}_{51}\text{N}_3\text{O}_{11}$, CAS 号:80621-81-4),含量 $\geq 94.0\%$ 。

5.4 标准溶液的制备

5.4.1 标准储备液:取利福昔明标准品约 10 mg,精密称定,于 10 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 1.0 mg/mL 的利福昔明标准储备液。 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 以下保存,有效期 6 个月。

5.4.2 标准中间液:精密量取利福昔明标准储备液 0.1 mL,于 10 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,配制浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 的标准中间液。2 $^\circ\text{C}$ ~8 $^\circ\text{C}$ 保存,有效期 3 个月。

5.4.3 标准工作液:精密量取利福昔明标准中间液 0.1 mL,于 10 mL 容量瓶中,用 20%乙腈溶液稀释至刻度,配制浓度为 100 ng/mL 的标准工作液。2 $^\circ\text{C}$ ~8 $^\circ\text{C}$ 保存,有效期 3 个月。

5.5 材料

5.5.1 亲水亲脂固相萃取柱:500 mg/6 mL,或相当者。