

ICS 67.050  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22954—2008

GB/T 22954—2008

## 河豚鱼和鳗鱼中链霉素、双氢链霉素 和卡那霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of streptomycin, dihydrostreptomycin and  
kanamycin residues in fugu and eel—  
LC-MS-MS method

中华人民共和国  
国家标准  
河豚鱼和鳗鱼中链霉素、双氢链霉素  
和卡那霉素残留量的测定  
液相色谱-串联质谱法  
GB/T 22954—2008

\*  
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 12 千字  
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-36663 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 22954-2008

2008-12-31 发布

2009-05-01 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)  
多反应监测(MRM)色谱图

链霉素、双氢链霉素和卡那霉素的多反应监测(MRM)色谱图见图 A.1。

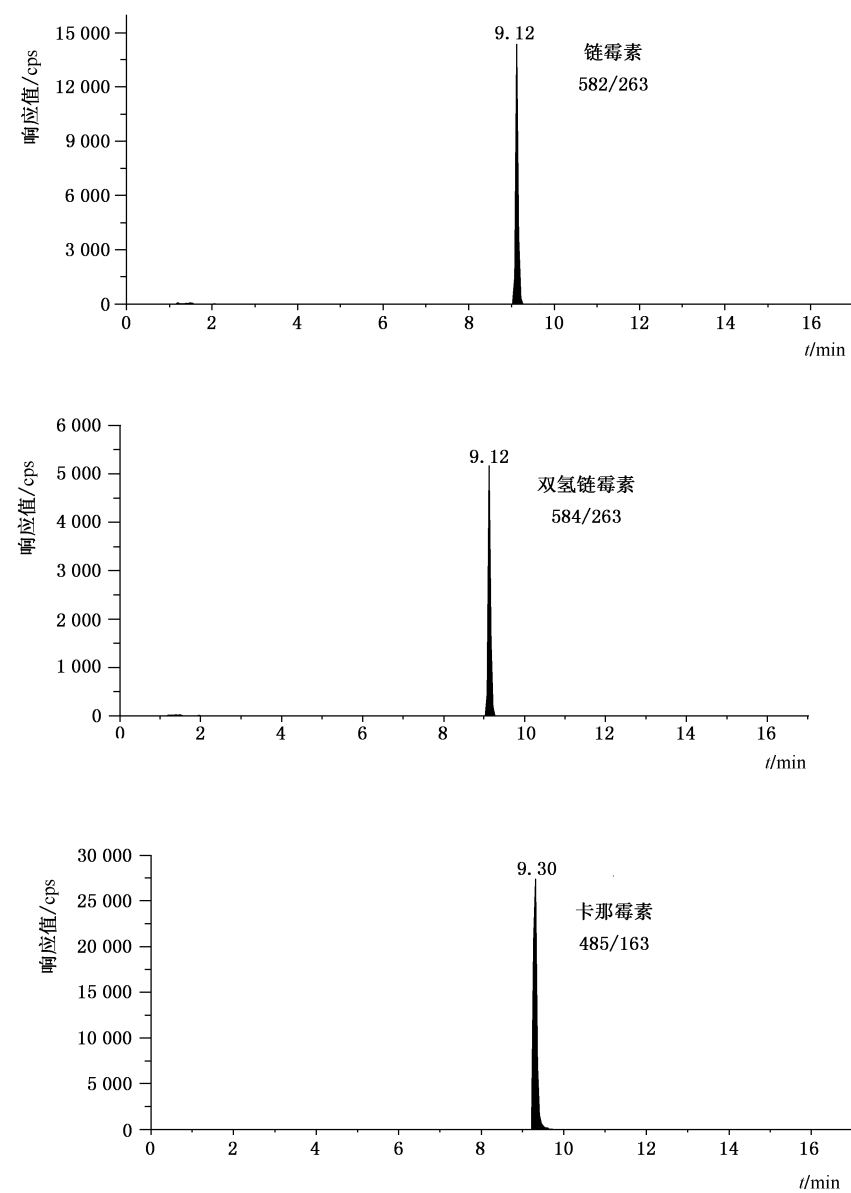


图 A.1 链霉素、双氢链霉素和卡那霉素的多反应监测(MRM)色谱图

## 前 言

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

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。

本标准主要起草人：刘晓茂、张守军、张进杰、曹彦忠、杨志伟、曹亚平、庞国芳。

## 7.4 液相色谱-串联质谱测定

### 7.4.1 定性确证

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, 样品中待测物质的保留时间与混合基质标准校准溶液中对对应组分的保留时间偏差在±2.5%之内; 且样品谱图中各组分相对离子丰度与浓度接近的混合基质标准校准溶液谱图中对应的相对离子丰度进行比较, 偏差不得超过表 3 规定的范围, 则可判定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 以%表示

相对离子丰度 $K$	$K > 50$	$20 < K < 50$	$10 < K < 20$	$K \leq 10$
允许最大偏差	±20	±25	±30	±50

### 7.4.2 定量测定

外标法定量: 在仪器最佳工作条件下, 对链霉素、双氢链霉素和卡那霉素的混合基质标准校准溶液进样测定, 以混合基质标准校准溶液浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准工作曲线, 用标准工作曲线对待测样品进行定量, 样品溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内。

链霉素、双氢链霉素和卡那霉素的多反应监测(MRM)色谱图参见附录 A 中的图 A.1。链霉素、双氢链霉素和卡那霉素的添加浓度及其平均回收率的试验数据参见附录 B 中的表 B.1。

### 7.5 平行试验

按以上步骤, 对同一试样进行平行试验测定。

### 7.6 空白试验

不称取样品, 其余均按试样步骤进行。

### 7.7 回收率试验

阴性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

链霉素、双氢链霉素和卡那霉素的残留量按式(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( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );

$c$ ——从标准工作曲线得到的被测组分溶液浓度, 单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );

$V$ ——样品溶液最终定容体积, 单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$ ——样品溶液所代表最终试样的质量, 单位为克( $\text{g}$ )。

计算结果应扣除空白值。

## 9 精密度

### 9.1 一般规定

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

### 9.2 重复性

在重复性试验条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限  $r$ 。链霉素、双氢链霉素和卡那霉素的添加浓度范围及重复性方程见表 4。

## 河豚鱼和鳗鱼中链霉素、双氢链霉素 和卡那霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了河豚鱼和鳗鱼中链霉素、双氢链霉素和卡那霉素残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于河豚鱼和鳗鱼中链霉素、双氢链霉素和卡那霉素残留量的测定。

本标准方法的检出限: 链霉素、双氢链霉素和卡那霉素的检出限均为  $10.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 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—2008, ISO 3696:1987, MOD)

### 3 原理

河豚鱼或鳗鱼试样中的抗生素用磷酸溶液提取, 三氯乙酸沉淀蛋白, 用苯磺酸型和羧酸型固相萃取柱净化。液相色谱-串联质谱仪(ESI+)检测, 外标法定量。

### 4 试剂和材料

除另有说明外, 所用试剂均为优级纯。

4.1 水: GB/T 6682, 一级。

4.2 甲醇: 色谱纯。

4.3 乙腈: 色谱纯。

4.4 甲酸。

4.5 浓磷酸。

4.6 磷酸氢二钾( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ )。

4.7 三氯乙酸( $\text{C}_2\text{HCl}_3\text{O}_2$ )。

4.8 庚烷磺酸钠( $\text{C}_7\text{H}_{15}\text{NaO}_3\text{S} \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。

4.9 5%磷酸溶液(1+19): 取 50 mL 浓磷酸(4.5), 用水定容至 1 L。

4.10 0.2 mol/L 磷酸盐缓冲溶液: pH=8.5。称取 34.8 g 磷酸氢二钾(4.6)用水溶解, 定容至 1 L, 用氢氧化钠溶液调节 pH=8.5。

4.11 三氯乙酸溶液: 50%, 质量分数。取 20 g 三氯乙酸(4.7), 用水定容至 20 mL。

4.12 0.01 mol/L 庚烷磺酸钠溶液: 称取 2.20 g 庚烷磺酸钠(4.8), 用水溶解, 定容至 1 L。