

ICS 67.120
X 22



中华人民共和国国家标准

GB/T 22338—2008

GB/T 22338—2008

动物源性食品中氯霉素类药物 残留量测定

Determination of multi-residues of chloramphenicols
in animal-original food

中华人民共和国
国家标准
动物源性食品中氯霉素类药物
残留量测定
GB/T 22338—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 1.25 字数 25 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*
书号: 155066·1-34426 定价 18.00 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 22338—2008

2008-09-01 发布

2008-12-01 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 E
(资料性附录)

氯霉素类药物在不同基质中的平均回收率和精密度(LC-MS/MS法)

表 E.1

药物名称	添加浓度/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	动物肝、肾		畜禽肉与水产品		蜂 蜜	
		回收率范围/%	RSD/%	回收率范围/%	RSD/%	回收率范围/%	RSD/%
氯霉素	0.1	80.5~107.0	11.5	88.0~109.1	13.5	80.5~101.8	11.0
	1.0	84.4~98.0	5.1	92.8~108.6	8.8	81.1~107.4	13.5
	5.0	89.1~105.6	5.3	80.7~97.7	9.2	90.2~108.0	8.1
甲砜霉素	0.1	70.3~96.2	8.3	68.0~99.3	10.4	77.9~94.1	9.2
	1.0	78.9~92.0	3.7	64.2~94.7	10.9	79.7~99.6	9.1
	5.0	75.7~94.4	8.1	74.0~89.9	5.3	86.0~100.3	4.9
氟甲砜霉素	0.1	65.2~98.0	9.4	67.0~87.8	12.6	81.8~99.5	7.5
	1.0	72.1~89.6	6.2	70.1~89.2	9.9	85.0~97.7	5.4
	5.0	70.3~96.8	6.8	73.3~93.0	7.1	79.6~88.3	6.0

前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 均为资料性附录。

本标准由中华人民共和国质量监督检验检疫总局提出。

本标准由国家认证认可监督管理委员会归口。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：邱月明、林黎明、李鹏、张鸿伟、赵海香、董益阳、蔡慧霞、谢孟峡、汪丽萍、孔莹。

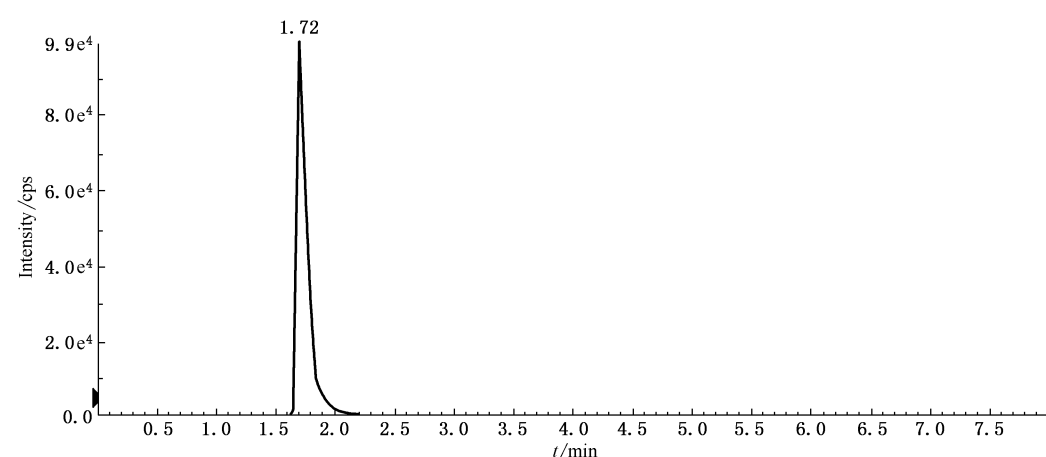


图 D.3 甲砒霉素重构离子色谱图

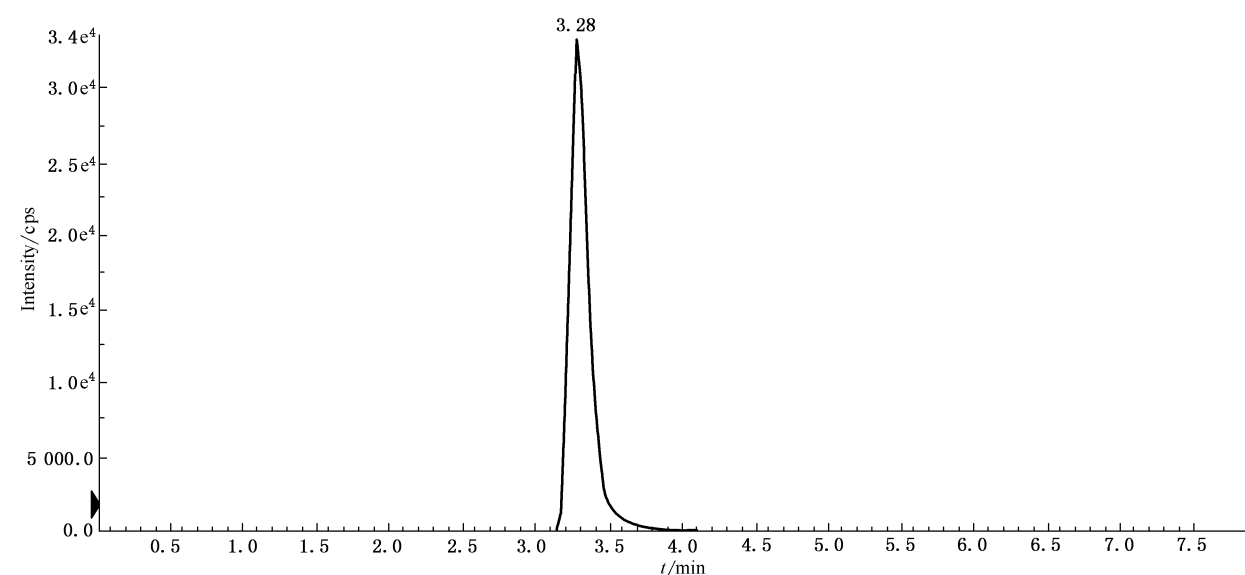
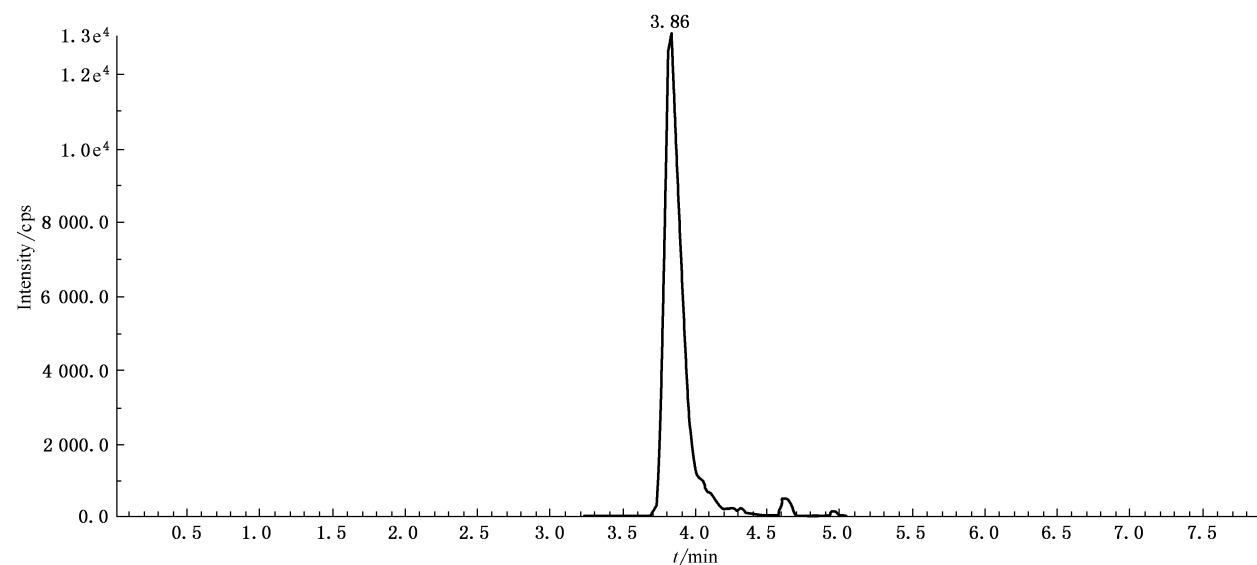


图 D.4 氟甲砒霉素重构离子色谱图

图 D.5 氯霉素-D₅ 重构离子色谱图

动物源性食品中氯霉素类药物 残留量测定

1 范围

本标准规定了动物源性食品中氯霉素类残留量的气相色谱-质谱和液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于水产品、畜禽产品和畜禽副产品中氯霉素、氟甲砒霉素和甲砒霉素残留的定性确证和定量测定。

2 气相色谱-质谱法

2.1 原理

样品用乙酸乙酯提取,4%氯化钠溶液和正己烷-液分配净化,再经弗罗里硅土(Florisil)柱净化后,以甲苯为反应介质,用N,O双(三甲基硅基)三氟乙酰胺-三甲基氯硅烷(BSTFA+TMCS,99+1)于70℃硅烷化,用气相色谱/负化学电离源质谱测定,内标工作曲线法定量。

2.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 甲醇:色谱纯。

2.2.2 甲苯:农残级。

2.2.3 正己烷:农残级。

2.2.4 乙酸乙酯。

2.2.5 乙醚。

2.2.6 氯化钠。

2.2.7 氯霉素(CAP)、氟甲砒霉素(FF)、甲砒霉素(TAP)标准物质:纯度≥99%。

2.2.8 间硝基氯霉素(m-CAP)标准物质:纯度≥99%。

2.2.9 氯化钠溶液(4%):称取适量氯化钠用水配置成4%的氯化钠溶液,常温保存,可使用1周。

2.2.10 氯霉素类标准储备溶液:准确称取适量氯霉素、氟甲砒霉素和甲砒霉素标准物质(精确到0.1 mg),以甲醇配制成浓度为100 μg/mL的标准储备溶液。

2.2.11 间硝基氯霉素内标工作溶液:准确称取适量间硝基氯霉素标准物质(精确到0.1 mg),用甲醇配制成10 ng/mL的标准工作溶液。

2.2.12 氯霉素类基质标准工作溶液:选择不含氯霉素类的样品六份,分别添加1 mL内标工作溶液(2.2.11),用这六份提取液分别配成氯霉素、氟甲砒霉素和甲砒霉素浓度为0.1 ng/mL、0.2 ng/mL、1 ng/mL、2 ng/mL、4 ng/mL、8 ng/mL的溶液,按本方法提取(2.4.1)、净化(2.4.2),制成样品提取液,用氮气缓慢吹干,硅烷化(2.4.3)后,制成标准工作溶液。

2.2.13 衍生化试剂:N,O双(三甲基硅基)三氟乙酰胺-三甲基氯硅烷(BSTFA+TMCS,99+1)。

2.2.14 固相萃取柱:弗罗里硅土柱(6.0 mL,1.0 g)。

2.3 仪器和设备

2.3.1 气相色谱/质谱联用仪:配有化学电离源(CI)。

2.3.2 组织捣碎机。