



中华人民共和国国家标准

GB 29686—2013

GB 29686—2013

食品安全国家标准

猪可食性组织中阿维拉霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准
猪可食性组织中阿维拉霉素残留量的测定
液相色谱-串联质谱法
GB 29686—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 16 千字
2014年3月第一版 2014年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48347 定价 16.00 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)68510107



GB 29686-2013

2013-09-16 发布

2014-01-01 实施

中华人民共和国农业部 发布
中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会

食品安全国家标准

猪可食性组织中阿维拉霉素残留量的测定
液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了猪可食性组织中阿维拉霉素残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。
本标准适用于猪的肌肉、脂肪/皮、肝脏和肾脏中阿维拉霉素残留量的检测。

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 原理

试料中残留的阿维拉霉素,用丙酮提取,氢氧化钠溶液水解,再用乙酸乙酯提取,氧化铝固相萃取柱净化,以二氯甲氧苯酸为内标物,液相色谱-串联质谱 APCI 测定,内标法定量。

4 试剂和材料

以下所用的试剂,除特别注明外均为分析纯试剂,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 阿维拉霉素、阿维拉霉素残留标示物 DIA 标准品:含量 $\geq 98\%$ 。
- 4.2 内标物:二氯甲氧苯酸标准品:含量 $\geq 98\%$ 。
- 4.3 甲醇:色谱纯。
- 4.4 正己烷。
- 4.5 乙腈:色谱纯。
- 4.6 乙酸乙酯。
- 4.7 丙酮。
- 4.8 甲酸。
- 4.9 氢氧化钠。
- 4.10 磷酸。
- 4.11 中性氧化铝固相萃取柱:1 000 mg/6 mL,或相当者。
- 4.12 1 mol/L 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠 4 g,用水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.13 洗脱液:取甲酸 5 mL,用乙腈溶解并稀释至 100 mL。
- 4.14 1 mg/mL 阿维拉霉素和阿维拉霉素残留标示物 DIA 标准贮备液:精密称取阿维拉霉素和阿维拉霉素残留标示物 DIA 各 10 mg,分别于 10 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,配制浓度为 1 mg/mL 的阿维拉霉素和阿维拉霉素残留标示物 DIA 标准贮备液。2 °C~4 °C 保存,有效期 1 个月。

4.15 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 阿维拉霉素和阿维拉霉素残留标示物 DIA 标准工作液:精密量取 1 mg/mL 阿维拉霉素和阿维拉霉素残留标示物 DIA 标准贮备液各 1.0 mL,分别于 100 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的阿维拉霉素和阿维拉霉素残留标示物 DIA 标准工作液。2 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 1 个月。

4.16 1 mg/mL 内标物二氯甲氧苯酸标准贮备液:精密称取二氯甲氧苯酸 10 mg ,于 10 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 1 mg/mL 的二氯甲氧苯酸标准贮备液。2 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 1 个月。

4.17 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 内标物二氯甲氧苯酸标准工作液:精密量取 1 mg/mL 二氯甲氧苯酸标准贮备液 200 μL ,于 100 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的二氯甲氧苯酸标准工作液。2 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 1 个月。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱-串联质谱仪:配大气压化学电离源(APCI)。

5.2 分析天平:感量 0.000 01 g 。

5.3 天平:感量 0.01 g 。

5.4 冷冻高速离心机。

5.5 振荡器。

5.6 旋涡混合器。

5.7 均质机。

5.8 氮吹仪。

5.9 旋转蒸发器。

5.10 固相萃取装置。

5.11 圆底烧瓶:50 mL。

5.12 离心管:15 mL,50 mL。

6 试料的制备与保存

6.1 试料的制备

取新鲜或冷冻空白或供试组织,绞碎,并使均质。

——取均质后的供试样品,作为供试试料。

——取均质后的空白样品,作为空白试料。

——取均质后的空白样品,添加适宜浓度的标准工作液,作为空白添加试料。

6.2 试料的保存

-20 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存。

7 测定步骤

7.1 提取

称取肌肉或脂肪试料 2 $\text{g}\pm 0.05 \text{g}$ 、肝脏或肾脏试料 1 $\text{g}\pm 0.05 \text{g}$,于 15 mL 离心管中,加丙酮 4 mL,涡旋 5 min,于 6 000 r/min 离心 10 min,取上清液,于 50 mL 圆底烧瓶中。残渣中加丙酮 4 mL,

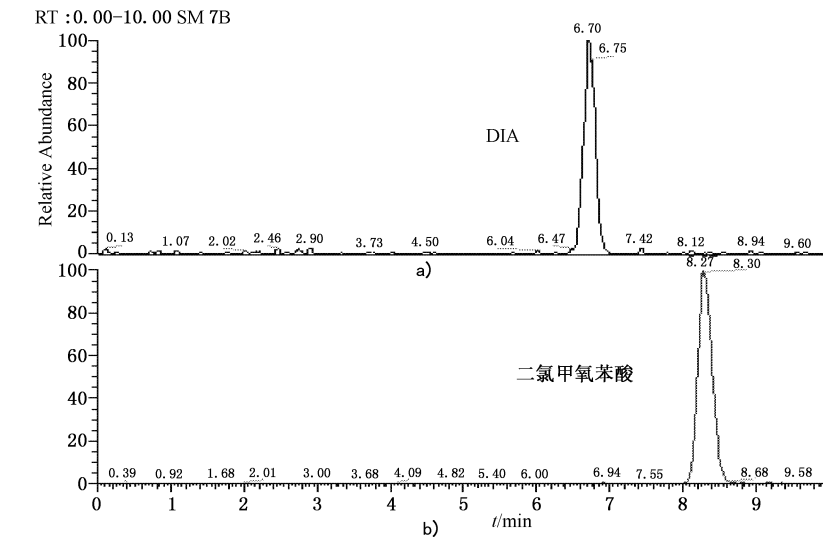


图 A.3 猪肾脏组织空白添加阿维拉霉素试样特征离子质量色谱图(50 $\mu\text{g}/\text{kg}$)