

ICS 67.040
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.32—2009

GB/T 9695.32—2009

肉与肉制品 氯霉素含量的测定

Meat and meat products—Determination of chloramphenicol content

中华人民共和国
国家标准
肉与肉制品 氯霉素含量的测定
GB/T 9695.32—2009

*

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 14 千字

2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*

书号:155066·1-36985 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)68533533



GB/T 9695.32-2009

2009-04-08 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)

标准物质衍生物总离子流图、质谱图 and 选择离子质谱图

A.1 氯霉素标准物质衍生物的总离子流, 见图 A.1。

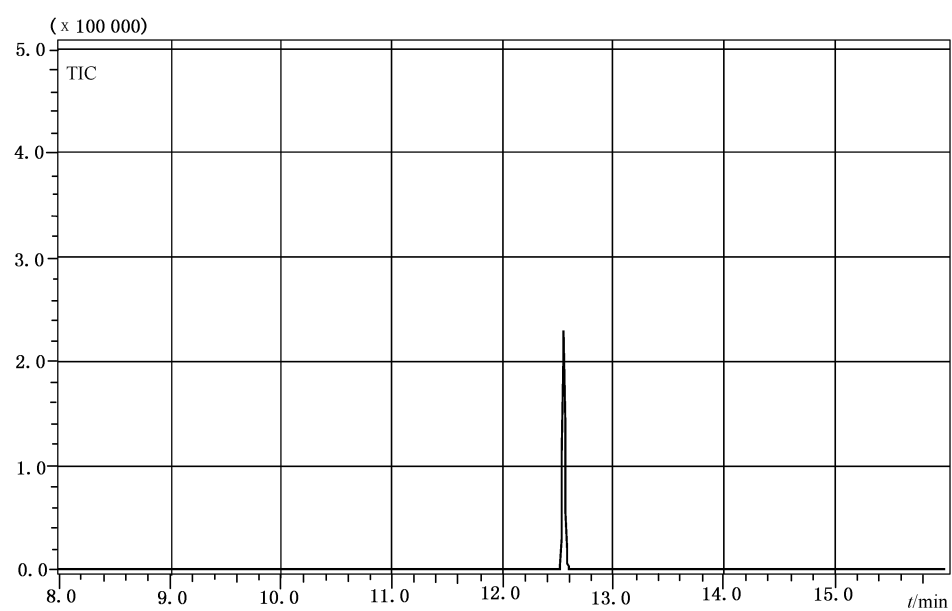


图 A.1

A.2 氯霉素标准物质衍生物的质谱图, 见图 A.2。

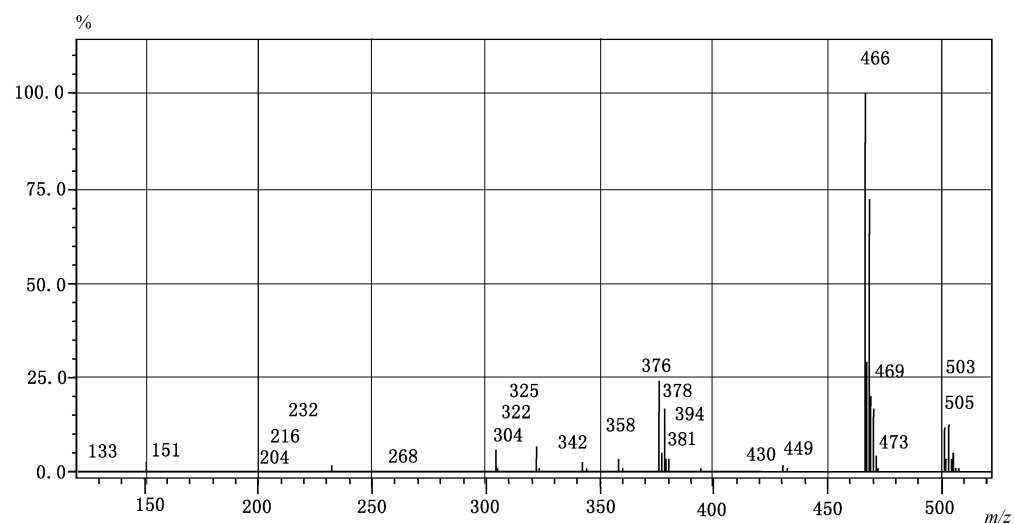


图 A.2

前 言

本标准制定过程中参考了“欧盟食品分析方法 CY3.6”。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国肉禽蛋制品标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位: 中国肉类食品综合研究中心、中国商业联合会商业标准中心、武汉市疾病预防控制中心、江阴市产品质量监督所、厦门市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人: 宋永青、赵榕、梁高道、郭文萍、吴东雷、骆和东、靳晓蕾、刘振宇。

4 酶联免疫法(ELISA 筛选法)

4.1 原理

采用间接竞争 ELISA 方法,在酶标板微孔条上包被偶联抗原,样本中残留的氯霉素和微孔条上包被的偶联抗原竞争抗氯霉素抗体,加入酶标二抗后,加入底物显色,样本吸光值与其残留物氯霉素的含量成负相关,与标准曲线比较再乘以其对应的稀释倍数,即可得出样品中氯霉素的含量。

4.2 试剂

若无特别说明,所用试剂均为分析纯,所用水应符合 GB/T 6682 的要求。

4.2.1 乙酸乙酯。

4.2.2 正己烷。

4.2.3 氯霉素酶联免疫试剂盒:2℃~8℃冰箱中保存。

注:试剂盒应选用国家有关行政管理部门备案的生产商的合格产品。

4.2.3.1 酶标板:8孔×12条,包被有偶联抗原。

4.2.3.2 氯霉素系列标准液:0 μg/L、0.05 μg/L、0.15 μg/L、0.45 μg/L、1.35 μg/L、4.05 μg/L。

4.2.3.3 酶标二抗。

4.2.3.4 抗体工作液。

4.2.3.5 底物液(A液)。

4.2.3.6 底物液(B液)。

4.2.3.7 终止液。

4.2.3.8 洗涤液(浓缩液)。

4.2.3.9 复溶液(浓缩液)。

4.2.3.10 复溶工作液:将浓缩复溶液 20 mL 用水稀释至 40 mL。

4.2.3.11 洗涤工作液:将浓缩洗涤液 40 mL 用水稀释至 800 mL。

4.3 仪器设备

实验室常规设备及下列仪器。

4.3.1 酶标仪:配备 450 nm、630 nm 滤光片。

4.3.2 微量移液器:单道 20 μL~200 μL、100 μL~1 000 μL,多道 250 μL。

4.3.3 恒温箱。

4.3.4 离心管:50 mL。

4.4 分析步骤

4.4.1 样本制备

样本用均质器均质后,称取 3.0 g±0.05 g 至 50 mL 离心管中,加入 6 mL 乙酸乙酯(4.2.1),用振荡器振荡 10 min,于室温(20℃~25℃)、5 500 r/min 离心 10 min,移取 4 mL 上层有机相至 10 mL 干净的玻璃试管中,于 50℃~60℃水浴氮气流下吹干,加入 1 mL 正己烷(4.2.2),用涡旋仪涡动 30 s,再加 1 mL 复溶工作液(4.2.3.10),用涡旋仪涡动 1 min,于室温(20℃~25℃)、5 500 r/min 离心 15 min;除去上层有机相,取下层 100 μL 用于分析。稀释倍数为 0.5 倍。

4.4.2 空白对照样本

取空白试样,按 4.4.1 步骤进行操作。

4.4.3 测定步骤

4.4.3.1 微孔板及试剂的准备:从冷藏环境中取出需要数量的微孔板和其他所需试剂,置于室温(20℃~25℃)平衡 30 min 以上,并将不用的微孔板放入自封袋中,保存于 2℃~8℃。

4.4.3.2 编号:将样本、标准品、空白对照样本对应微孔按序编号,记录样本孔、标准孔和空白样本孔所在的位置。注意所有试剂及样本溶液使用前均应摇匀。

肉与肉制品 氯霉素含量的测定

1 范围

本标准规定了畜禽肉中氯霉素的测定方法。

本标准适用于畜禽肉中氯霉素的测定。

本标准检出限:气相色谱-质谱法,检出限为 0.2 μg/kg;酶联免疫法为 0.05 μg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9695 本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

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)

GB/T 9695.19 肉与肉制品 取样方法

3 气相色谱-质谱法(确证法)

3.1 原理

样品中氯霉素用乙酸乙酯提取,脂肪用正己烷去除,经 C₁₈ 净化,BSTFA+TMCS(99+1)衍生后,用 NCI 源选择 *m/z* 为 466 的特征离子为目标离子,在 SIM 模式下进行 GC-MS 测定。

3.2 试剂和材料

若无特别说明,所用试剂均为分析纯,所用水应符合 GB/T 6682 的要求。

3.2.1 氯霉素:标准品,纯度≥99%。

3.2.2 甲醇:色谱纯。

3.2.3 三氯甲烷。

3.2.4 正己烷:色谱纯。

3.2.5 乙酸乙酯。

3.2.6 无水硫酸钠。

3.2.7 氯化钠。

3.2.8 N,O-双三甲基硅烷三氟乙酰胺(BSTFA)。

3.2.9 三甲基氯硅烷(TMCS)。

3.2.10 丙酮:色谱纯。

3.2.11 甲苯。

3.2.12 甲醇溶液:甲醇+水=2+8。

3.2.13 氯化钠溶液(40 g/L):称取 4.00 g 氯化钠(3.2.7.7),用水溶解,定容至 100 mL。

3.2.14 甲醇-氯化钠溶液:量取甲醇溶液(3.2.12)20 mL、氯化钠溶液(3.2.13)80 mL,混匀。

3.2.15 混合衍生剂:N,O-双三甲基硅烷三氟乙酰胺+三甲基氯硅烷=99+1。

3.2.16 氯霉素标准储备溶液(*c*=0.1 mg/mL):称取氯霉素标准品 0.01 g(精确至 0.000 1 g),用丙酮溶解并定容至 100 mL。储备液贮存在 4℃冰箱中,可使用两个月。

3.2.17 氯霉素标准工作溶液:根据试验需要,用丙酮(2.2.10)稀释标准储备溶液(2.2.16),配成适当浓度的标准工作溶液。