

说明:

- 1——红霉素特征离子质量色谱图(734.4>575.9);
- 2——红霉素特征离子质量色谱图(734.4>159.9);
- 3——红霉素同位素特征离子质量色谱图(736.50>159.9)。

图 A.3 草鱼可食性组织空白添加红霉素试样特征离子质量色谱图(5 μg/kg)



中华人民共和国国家标准

GB 29684—2013

食品安全国家标准

水产品中红霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法



GB 29684—2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-48345

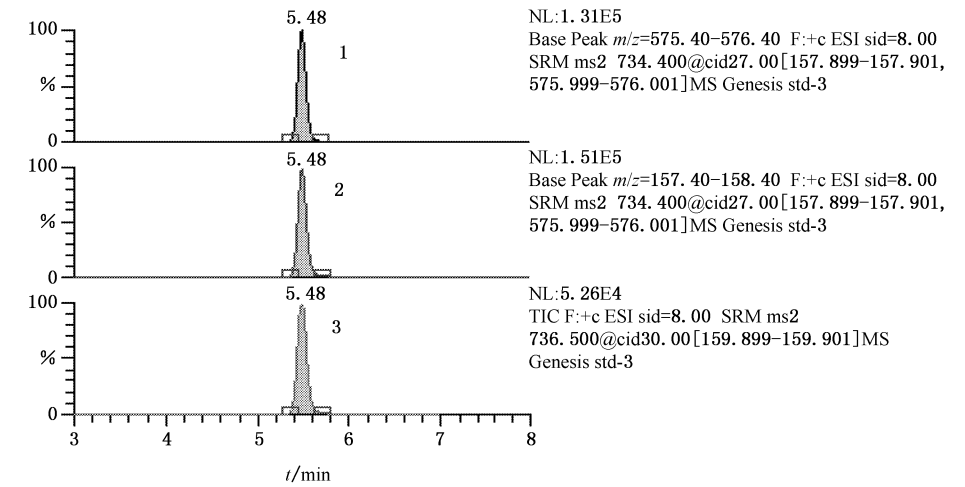
定价: 14.00 元

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

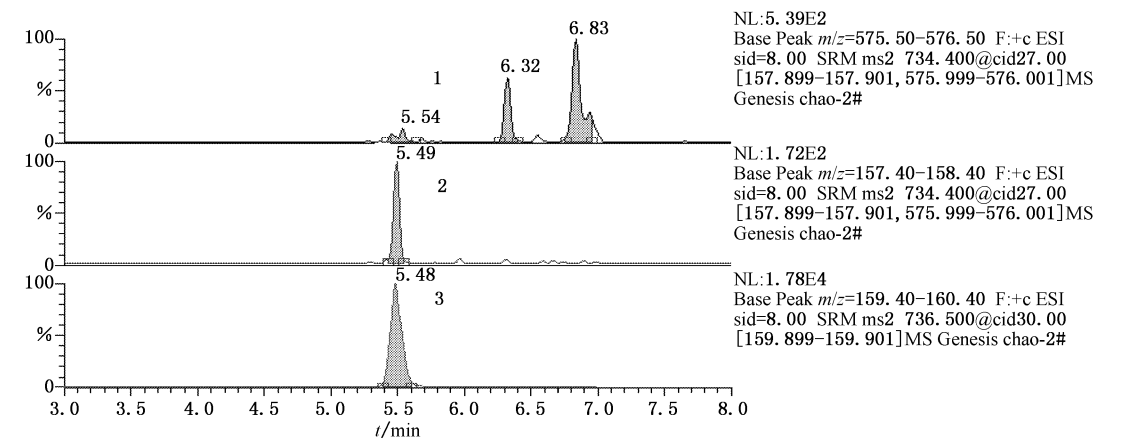
附录 A
特征离子质量色谱图



说明:

- 1——红霉素特征离子质量色谱图(734.4>575.9);
- 2——红霉素特征离子质量色谱图(734.4>159.9);
- 3——红霉素同位素特征离子质量色谱图(736.50>159.9)。

图 A.1 红霉素及红霉素同位素内标物标准溶液特征离子质量色谱图(25 ng/mL)



说明:

- 1——红霉素特征离子质量色谱图(734.4>575.9);
- 2——红霉素特征离子质量色谱图(734.4>159.9);
- 3——红霉素同位素特征离子质量色谱图(736.50>159.9)。

图 A.2 草鱼可食性组织空白试样特征离子质量色谱图

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准
水产品中红霉素残留量的测定
液相色谱-串联质谱法

GB 29684—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 0.5 字数 14 千字
2014年3月第一版 2014年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48345 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)68510107

7.4.3 测定法

7.4.3.1 定性测定

通过试样色谱图的保留时间与相应标准品的保留时间、色谱峰的特征离子与相应浓度标准溶液色谱峰的特征离子相对照定性。试样与标准品保留时间的相对偏差不大于5%；试样特征离子的相对丰度与浓度相当标准溶液的相对丰度一致，相对丰度偏差不超过±20%，则可判断试样中存在相应的被测物。

7.4.3.2 定量测定

取试样溶液和标准溶液，按外标法，以峰面积定量，标准溶液及试样溶液中的红霉素响应值均应在仪器检测的线性范围内。在上述色谱-质谱条件下，红霉素标准溶液和空白添加试样溶液中特征离子质量色谱图见附录A。

7.5 空白试验

除不加试料外，采用完全相同的步骤进行平行操作。

8 结果计算和表述

试料中对红霉素的残留量按式(1)计算：

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 供试试料中红霉素的残留量，单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$)；

c —— 试样溶液中红霉素的浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；

V —— 溶解残余物所用体积，单位为毫升(mL)；

m —— 供试试料质量，单位为克(g)。

注：计算结果需扣除空白值。测定结果用两次平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

9 检测方法灵敏度、准确度和精密度

9.1 灵敏度

本方法的检测限为 $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为 $1 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

9.2 准确度

本方法在 $1 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 400 \mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平上的回收率为 $70\% \sim 120\%$ 。

9.3 精密度

本方法的批内相对标准偏差 $\leq 15\%$ ，批间相对标准偏差 $\leq 15\%$ 。

食品安全国家标准

水产品中红霉素残留量的测定
液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了水产品中红霉素残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。本标准适用于水产品可食性组织中红霉素残留量的检测。

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

SC/T 3016 水产品抽样方法

3 原理

试料中残留的红霉素，用乙腈提取，正己烷除脂，HLB柱净化，液相色谱-串联质谱测定，内标法定量。

4 试剂和材料

以下所用试剂，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 红霉素标准品：含量 $\geq 97\%$ 。

4.2 红霉素同位素内标物标准品：红霉素同位素(erythromycin A, N, N -Dimethyl- $^{13}\text{C}_2$)含量 $\geq 90\%$ 。

4.3 乙腈：色谱纯。

4.4 正己烷：色谱纯。

4.5 甲醇：色谱纯。

4.6 乙酸。

4.7 氯化钠。

4.8 十二水磷酸氢二钠。

4.9 磷酸。

4.10 HLB固相萃取柱：200 mg/6 mL，或相当者。

4.11 0.1 mol/L 磷酸盐缓冲溶液：取十二水磷酸氢二钠 17.92 g，用水溶解并稀释至 500 mL，用磷酸调 pH 值至 8.0，现配现用。

4.12 40% 甲醇溶液：取甲醇 40 mL，用水溶解并稀释至 100 mL。

4.13 30% 甲醇溶液：取甲醇 30 mL，用水溶解并稀释至 100 mL。

4.14 0.01% 乙酸水溶液：取乙酸 10 μL ，用水溶解并稀释至 1 000 mL。

4.15 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 红霉素标准贮备液：精密称取红霉素标准品 10 mg，于 100 mL 量瓶中，用甲醇溶解并