

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2218—2008

进出口动物源食品中林可酰胺类
药物残留量检测方法
液相色谱-质谱/质谱法

Determination of lincosamide residues in foodstuffs of animal origin
for import and export—LC-MS/MS method

2008-11-18 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：康海宁、肖锋、沈金灿、林峰、谢文、谢丽琪、韩瑞阳、葛丽雅。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口动物源食品中林可酰胺类 药物残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中林可霉素、吡利霉素和克林霉素残留量检测的制样和液相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于猪肉、鸡肉、猪肝、牛肝、鸡蛋、牛奶等动物源食品中林可霉素、吡利霉素和克林霉素残留量的检测和确证。

2 方法提要

样品中林可酰胺类药物残留经磷酸盐缓冲溶液(pH 8.0)提取, C₁₈固相萃取柱净化, 浓缩、定容后, 用液相色谱-质谱/质谱法测定和确证, 外标法定量。

3 试剂材料

除另有说明外, 所用试剂均为分析纯, 水为去离子水。

3.1 甲醇: 色谱纯。

3.2 甲酸: 色谱纯。

3.3 氢氧化钠。

3.4 氢氧化钠溶液(3 mol/L): 称取 120 g 氢氧化钠(3.3)溶于 800 mL 去离子水中, 待冷却至室温后用去离子水定容至 1 000 mL。

3.5 磷酸二氢钾。

3.6 磷酸盐缓冲溶液(pH 8.0): 称取 6.80 g 磷酸二氢钾(3.5)溶解于 800 mL 水中, 用氢氧化钠溶液(3.4)调节 pH 值对 8.0, 加水定容至 1 000 mL。

3.7 0.1%甲酸水溶液: 准确吸取 1.0 mL 甲酸(3.2)于 1 000 mL 容量瓶中, 加水定容至刻度线, 混合均匀。

3.8 甲醇+0.1%甲酸水溶液(1+9, 体积比): 准确量取 10 mL 甲醇(3.1)和 90 mL 0.1%甲酸水溶液(3.7), 混合均匀。

3.9 林可酰胺类药物标准品: 林可霉素盐酸盐(Lincomycin hydrochloride, C₁₈H₃₄N₂O₆S·HCl)纯度大于 99%, CAS No.: 7179-49-9; 吡利霉素盐酸盐(Pirlimycin hydrochloride, C₁₇H₃₁ClN₂O₅S·HCl)纯度为 86.4%, CAS No.: 79548-73-5; 克林霉素盐酸盐(Clindamycin hydrochloride, C₁₈H₃₃ClN₂O₅S·HCl)纯度为 94.5%, CAS No.: 21462-39-5。

3.10 标准储备溶液: 100 mg/L。分别称取适量(精确至 0.1 mg)林可酰胺类药物标准品(3.9), 经折算相当于 10 mg 的林可霉素、吡利霉素和克林霉素, 置于 100 mL 容量瓶中, 用甲醇(3.1)溶解并定容至刻度, 混匀, -18 ℃保存, 可使用 12 个月。

3.11 混合标准中间溶液: 1.0 mg/L。分别吸取 1.0 mL 标准储备溶液(3.10)于 100 mL 容量瓶中, 用甲醇(3.1)定容至刻度, 4 ℃保存, 可使用 3 个月。

3.12 基质混合标准工作溶液: 吸取适量的混合标准中间溶液(3.11), 用空白样品提取液配成浓度为 5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L、100 μg/L、200 μg/L 的基质混合标准工作溶液。使用前配制。