



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1865—2007

## 进出口动物源食品中甲砒霉素、 氟甲砒霉素残留量的检测方法 液相色谱-串联质谱法

Determination of thiamphenicol and florfenicol residues in animal-derived  
food for import and export—LC-MS/MS method

2007-04-06 发布

2007-10-16 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 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。

本标准由中华人民共和国浙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：朱晓雨、谢文、丁慧瑛、黄雷芳、奚君阳、钱艳。

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甲砒霉素、 氟甲砒霉素残留量的检测方法 液相色谱-串联质谱法

## 1 范围

本标准规定了动物源食品中甲砒霉素、氟甲砒霉素残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。  
本标准适用于虾、鱼、禽肉、肠衣和蜂蜜中甲砒霉素、氟甲砒霉素残留量的检测。

## 2 测定方法

### 2.1 方法提要

在碱性条件下用乙酸乙酯提取样品中甲砒霉素、氟甲砒霉素，正己烷脱脂， $C_{18}$ 固相萃取小柱净化，液相色谱-串联质谱测定和确证，外标法定量。

### 2.2 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为二次蒸馏水。

2.2.1 乙酸乙酯：高效液相色谱级。

2.2.2 正己烷：高效液相色谱级。

2.2.3 甲醇：高效液相色谱级。

2.2.4 氯化钠。

2.2.5 无水硫酸钠：650℃灼烧4 h，在干燥器内冷却至室温，贮于密封瓶中备用。

2.2.6 氨水：25%~28%。

2.2.7 15%氯化钠水溶液：15 g氯化钠溶解于100 mL水中。

2.2.8 乙酸乙酯：氨水(97:3, 体积比)。

2.2.9 甲砒霉素标准品(thiamphenicol, CAS NO. 15318-458,  $C_{12}H_{15}Cl_2NO_5S$ ): 纯度大于等于99%。

2.2.10 氟甲砒霉素标准品(flurfenicol, CAS NO. 76639-94,  $C_{12}H_{16}Cl_2NO_5S$ ): 纯度大于等于99%。

2.2.11 甲砒霉素标准储备溶液：称取0.010 0 g甲砒霉素标准品，用甲醇溶解定容至100 mL，溶液浓度为100  $\mu\text{g/mL}$ 。1℃~4℃冷藏保存。

2.2.12 氟甲砒霉素标准储备溶液：称取0.010 0 g氟甲砒霉素标准品，用甲醇溶解定容至100 mL，溶液浓度为100  $\mu\text{g/mL}$ 。1℃~4℃冷藏保存。

2.2.13 混合标准工作溶液：临用前根据需要用甲醇：水(1:1, 体积比)稀释至适当浓度作为混合标准工作液，1℃~4℃冷藏保存。

### 2.3 仪器和设备

2.3.1 液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源。

2.3.2 旋转蒸发器。

2.3.3 粉碎机。

2.3.4 均质器。

2.3.5 旋涡混合器。

2.3.6 固相萃取柱： $C_{18}$ 固相萃取小柱，500 mg，或相当者。甲醇和水各5 mL预洗。

2.3.7 无水硫酸钠柱：80 mm×40 mm(内径)筒形漏斗，底部垫5 mm脱脂棉，再装50 mm无水硫酸钠。