

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2224—2008

进出口动物源性食品中利福西明
残留量检测方法
液相色谱-质谱/质谱法

Determination of rifaximin residue in foodstuffs of animal origin
for export and import—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。

本标准由中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中华人民共和国黑龙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：李一尘、林维宣、康庆贺。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口动物源性食品中利福西明 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性食品中利福西明残留量的液相色谱-质谱/质谱检测方法。
本标准适用于猪肉、猪肝、猪肾、牛奶中利福西明残留量的检测和确证。

2 规范性引用

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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)

3 方法提要

样品中利福西明残留物用乙腈提取,正己烷除去提取液中脂肪,固相萃取柱净化,洗脱液氮气吹干后,用液相色谱串联质谱测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 乙腈:高效液相色谱级。
- 4.2 正己烷:高效液相色谱级。
- 4.3 异丙醇。
- 4.4 甲酸:高效液相色谱级。
- 4.5 无水硫酸钠:650 °C灼烧 4 h,置于干燥器中备用。
- 4.6 乙腈饱和正己烷:100 mL 乙腈中加入 100 mL 正己烷,充分振荡后,静置分层,取上层液体。
- 4.7 0.1%甲酸溶液:准确量取 1 mL 甲酸(4.4)于 1 L 容量瓶中,用水定容至 1 L。
- 4.8 乙腈-水溶液(40+60,体积比):量取 40 mL 乙腈加入 60 mL 水中混匀。
- 4.9 利福西明标准品(Rifaximin,CAS No. 80621-81-4):纯度大于等于 95%。
- 4.10 利福西明标准储备溶液:称取约 0.01 g 利福西明标准品(精确至 0.000 1 g),用乙腈溶解定容至 100 mL,此标准溶液浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$,置于-18 °C 冰箱避光保存。保存期半年。
- 4.11 利福西明标准工作溶液(1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$):吸取适量的利福西明标准储备溶液(4.10),用乙腈配成 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作溶液。标准工作溶液置于 4 °C 避光贮存。
- 4.12 固相萃取小柱:Waters oasisHLB 柱,500 mg,6 mL,或相当者。
- 4.13 微孔滤膜:0.45 μm ,有机相。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱-质谱/质谱仪:配有电喷雾离子源。
- 5.2 组织捣碎机。