



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3925—2014

出口动物源食品中多种米尔贝霉素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of milbemycins residues in foodstuffs of animal origin for export—
LC-MS/MS method

2014-04-09 发布

2014-11-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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、深圳市检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：康海宁、岳振峰、李勇、叶刚、谢丽琪、林黎、侯乐锡、沈金灿、华红慧。

出口动物源食品中多种米尔贝霉素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中莫西丁克、米尔贝霉素 A₃、米尔贝霉素 A₄、米尔贝霉素 D、奈马克丁残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于鸡肉、猪肉、牛肉、鸡肝、猪肝、牛肝、鸡肾、猪肾、牛肾、鸡蛋、牛奶、鱼肉中莫西丁克、米尔贝霉素 A₃、米尔贝霉素 A₄、米尔贝霉素 D、奈马克丁残留量的测定和确证。

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

3 方法提要

采用叔丁基甲醚提取试样中（牛奶除外）残留的米尔贝霉素类药物，提取液吹氮浓缩重新溶解后，经硅胶柱净化，浓缩，液相色谱-质谱/质谱检测和确证，外标法定量。

牛奶中的米尔贝霉素类药物残留采用乙腈提取，提取液经 C₁₈ 柱净化浓缩，液相色谱-质谱/质谱检测和确证，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，水采用 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 叔丁基甲醚。
- 4.2 乙酸乙酯。
- 4.3 正己烷。
- 4.4 乙腈：高效液相色谱纯。
- 4.5 甲醇：高效液相色谱纯。
- 4.6 二氯甲烷。
- 4.7 甲酸：高效液相色谱纯。
- 4.8 无水硫酸钠：650 °C 灼烧 4 h，冷却后，置于干燥器中备用。
- 4.9 氯化钠。
- 4.10 溶解液：正己烷+二氯甲烷（6+4，体积比），准确量取 60 mL 正己烷（4.3）和 40 mL 二氯甲烷（4.6），混合均匀。
- 4.11 淋洗液：乙酸乙酯+正己烷（6+94，体积比），准确量取 60 mL 乙酸乙酯（4.2）和 940 mL 正己烷，混合均匀。