



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1777.2—2007

---

动物源性食品中大环内酯类  
抗生素残留测定方法  
第2部分：高效液相色谱串联质谱法

Determination of macrolide antibiotic residues in  
animal-derived food—Part 2: 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

SN/T 1777《动物源性食品中大环内酯类抗生素残留测定方法》共分为两个部分：

——第 1 部分：放射受体分析法；

——第 2 部分：高效液相色谱串联质谱法。

本部分为 SN/T 1777 的第 2 部分。

本部分的附录 A、附录 B 均为资料性附录。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分由中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局负责起草。

本部分主要起草人：林维宣、谢文、姜伟、李一尘、奚君阳、于灵、徐凤敏、杨春光、王敏。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

# 动物源性食品中大环内酯类 抗生素残留测定方法

## 第2部分：高效液相色谱串联质谱法

### 1 范围

SN/T 1777 的本部分规定了动物源性食品中螺旋霉素、替米考星、竹桃霉素、泰乐菌素、红霉素、罗红霉素、交沙霉素液相色谱串联质谱测定方法。

本部分适用于猪肉、禽肉、肝脏、肾脏和蜂蜜中七种大环内酯类抗生素残留量的检测。

### 2 测定方法

#### 2.1 方法提要

用乙腈提取样品中大环内酯类抗生素，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，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 乙腈：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 甲酸：高效液相色谱级。

2.2.5 氯化钠。

2.2.6 氢氧化钠。

2.2.7 磷酸二氢钠。

2.2.8 乙腈饱和正己烷。

2.2.9 0.1 mol/L 氢氧化钠：称取 4 g 氢氧化钠，并用水稀释至 1 L。

2.2.10 甲醇：水(2 : 8, 体积比)。

2.2.11 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。

2.2.12 磷酸盐缓冲溶液：溶解 13.8 g 磷酸二氢钠于 950 mL 水中，用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调节溶液 pH 值到 8.0，最后用水稀释至 1。

2.2.13 螺旋霉素、替米考星、竹桃霉素磷酸盐、泰乐菌素酒石酸盐、红霉素、罗红霉素、交沙霉素标准品：纯度大于等于 95%，参见附录 B 中表 B.1。

2.2.14 七种大环内酯标准储备溶液：分别称取 0.010 0 g 标准品(2.2.13)，分别用甲醇溶解定容至 100 mL，溶液浓度为 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，1℃~4℃ 冰箱保存。临用前根据需要用甲醇稀释至适当浓度，作为混合标准工作液，1℃~4℃ 冰箱保存。

2.2.15 标准工作曲线工作液：准确移取 0.10 mL 七种大环内酯混合标准溶液，浓度分别为 20 ng/mL，40 ng/mL，200 ng/mL，400 ng/mL，500 ng/mL，再加相应基质空白溶液 0.9 mL，混匀，相当于样品中含有 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，200  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，250  $\mu\text{g}/\text{kg}$  大环内酯。

#### 2.3 仪器和设备

2.3.1 高效液相色谱-质谱/质谱仪：配有电喷雾离子源。