

猪粪中抗生素残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

The determination method of antibiotic residues in pig manure by liquid chromatography-mass spectrometry

地方标准信息服务平台

2020 - 08 - 18 发布

2020 - 10 - 01 实施

天津市市场监督管理委员会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由天津市农业农村委员会提出并归口。

本标准起草单位：农业农村部环境保护科研监测所、天津农学院。

本标准主要起草人：支苏丽、张克强、周婧、刘海学、吴惠惠、杜连柱、阮蓉。

地方标准信息服务平台

猪粪中抗生素残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了猪粪中抗生素检测的原理、试剂耗材、仪器设备、试样制备、检测步骤、结果计算和精密度。

本标准适用于生猪养殖场畜舍内以及堆粪场粪便中土霉素、强力霉素、四环素、去甲基金霉素、磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺甲噁唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺多辛、洛美沙星、恩诺沙星、氧氟沙星、二氟沙星、氟罗沙星、奥比沙星、氟甲喹、西诺沙星和依诺沙星残留量的检测。

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

NY/T 1896-2010 兽药残留实验室质量控制规范

3 原理

样品中抗生素残留物用甲醇-乙腈-柠檬酸缓冲溶液提取，用固相萃取小柱净化，用液相色谱-质谱/质谱测定，外标法定量。

4 试剂材料

4.1 水：GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 乙腈：色谱级。

4.3 甲醇：色谱级。

4.4 甲酸：色谱级。

4.5 EDTA-McIlvaine 缓冲液：称取柠檬酸 12.9 g，磷酸氢二钠 5.45 g，乙二胺四乙酸二钠 37.2 g，溶于水中，并稀释至 1 L。

4.6 0.1%甲酸溶液：取甲酸（4.4）0.5 mL 溶于水稀释至 500 mL，当天配制。

4.7 标准储备溶液：分别称取适量标准品（精确到 0.00001 g），分别用甲醇（4.3）溶解，配制成 100 mg/L，置于冰箱-20℃保存，保质期 6 个月。

4.8 标准工作溶液：准确称取抗生素标准储备液（4.7）适量，用甲醇水（v/v=50:50）配制成不同浓度系列的混合标准工作溶液（用时现配）。

4.9 Oasis HLB 固相萃取小柱或者相当：6 mL，500 mg。

4.10 滤膜：0.22 μm，有机系。

5 仪器设备