



中华人民共和国国家标准

GB/T 21314—2007

动物源性食品中头孢匹林、头孢噻吩 残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of cephapirin and ceftiofur residues
in foodstuffs of animal origin—
LC-MS/MS method

2007-10-29 发布

2008-04-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准附录 A、附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：李一尘、林维宣、唐英章、田苗、彭涛、于灵、隋凯、杨春光、王宏伟。

本标准为首次发布。

动物源性食品中头孢匹林、头孢噻吩 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头孢匹林、头孢噻吩残留量液相色谱-质谱/质谱测定和确证方法。

本标准适用于动物肌肉、肝脏、肾脏、鸡蛋和牛奶中头孢匹林(cephapirin)、头孢噻吩(cefthiofur)残留量的检测。

2 规范性引用文件

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。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 原理

样品中头孢匹林、头孢噻吩残留物用乙腈-水溶液提取,提取液经浓缩后,用缓冲溶液溶解,固相萃取小柱净化,洗脱液经氮气吹干后,用液相色谱-质谱/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—1992 规定的一级水。

- 4.1 乙腈:高效液相色谱级。
- 4.2 甲醇:高效液相色谱级。
- 4.3 甲酸:高效液相色谱级。
- 4.4 氯化钠。
- 4.5 氢氧化钠。
- 4.6 磷酸二氢钾。
- 4.7 磷酸氢二钾。
- 4.8 0.1 mol/L 氢氧化钠:称取 4 g 氢氧化钠,并用水稀释至 1 000 mL。
- 4.9 乙腈+水(15+2,体积比)。
- 4.10 乙腈+水(30+70,体积比)。
- 4.11 0.05 mol/L 磷酸盐缓冲溶液(pH=8.5):称取 8.7 g 磷酸氢二钾,超纯水溶解,稀释至 1 000 mL,用磷酸二氢钾调节 pH 值至 8.5 ± 0.1 。
- 4.12 0.025 mol/L 磷酸盐缓冲溶液(pH=7.0):称取 3.4 g 磷酸二氢钾,超纯水溶解,稀释至 1 000 mL,用氢氧化钠调节 pH 值至 7.0 ± 0.1 。
- 4.13 0.01 mol/L 乙酸铵溶液(pH=4.5):称取 0.77 g 乙酸铵,超纯水溶解,稀释至 1 000 mL,用甲酸调节 pH 值至 4.5 ± 0.1 。
- 4.14 头孢匹林、头孢噻吩标准品:纯度均大于等于 95%。
- 4.15 头孢匹林、头孢噻吩标准储备溶液:分别称取适量标准品(4.14),分别用乙腈水溶液(4.10)溶解