



中华人民共和国国家标准

GB 29688—2013

食品安全国家标准 牛奶中氯霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

2013-09-16 发布

2014-01-01 实施

中华人民共和国农业部
中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

牛奶中氯霉素残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶中氯霉素残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。
本标准适用于牛奶中氯霉素残留量的检测。

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—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样中残留的氯霉素,用乙酸乙酯提取,正己烷除脂, C_{18} 柱净化,液相色谱-串联质谱测定,内标法定量。

4 试剂和材料

以下所用的试剂,除特别注明者外均为分析纯试剂;水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 氯霉素标准品:含量 $\geq 97\%$ 。
- 4.2 内标物:氘代氯霉素标准品:含量为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (作为内标物标准贮备液)。
- 4.3 甲醇:色谱纯。
- 4.4 乙腈:色谱纯。
- 4.5 乙酸乙酯。
- 4.6 氯化钠。
- 4.7 正己烷。
- 4.8 C_{18} 固相萃取柱:500 mg/3 mL,或相当者。
- 4.9 4%氯化钠溶液:取氯化钠 4 g,用水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.10 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 氯霉素标准贮备液:精密称取氯霉素标准品 10 mg,于 100 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的氯霉素标准贮备液。 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下保存,有效期 1 年。
- 4.11 100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 氯霉素标准工作溶液:精密量取 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 氯霉素标准贮备溶液 100 μL ,于 100 mL 量瓶中,用 50%乙腈溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准工作液。 $2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 1 个月。
- 4.12 20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 氘代氯霉素标准工作溶液:精密量取氘代氯霉素标准品 20 μL ,于 1 000 mL 量瓶中,用 50%乙腈溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的氘代氯霉素标准工作液。 $2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存,有效