

中华人民共和国国家标准

农业部 1025 号公告—21—2008

动物源食品中氯霉素残留检测 气相色谱法

Determination of chloramphenicol residues in edible tissues of animal
Gas chromatographic method

132-xcp-01-0363
1/3
2008

2008-04-29 发布

2008-04-29 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：中国农业大学、农业部兽药安全监督检验测试中心(北京)。

本标准主要起草人：沈建忠、丁双阳、李建成、江海洋、肖希龙、李晓薇、程林丽。

动物源食品中氯霉素残留检测 气相色谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中氯霉素残留量的气相色谱检测方法。

本标准适用于猪肉、鸡肉中氯霉素残留量检测。

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 分析实验室用水规则和试验方法

农牧发[2003]1号 兽药残留试验技术规范(试行)

农牧发[1999]8号 官方取样程序

3 原理

组织样品经乙酸乙酯提取、液液分配和固相萃取净化后,用 N,O-双三甲基硅烷三氟乙酰胺(BSTFA)衍生化,用气相色谱微电子捕获检测器检测,内标法定量。

4 试剂

除非另有说明,本法所用试剂均为分析纯;水符合 GB/T 6682 二级用水的规定。

4.1 乙酸乙酯:色谱纯。

4.2 正己烷:色谱纯。

4.3 甲醇:色谱纯。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 氯化钠溶液(4%):称取氯化钠 40.0 g,加水溶解并稀释至 1 000 mL。

4.6 N,O-双三甲基硅烷三氟乙酰胺(BSTFA)。

4.7 氨水。

4.8 氯霉素标准品。

4.9 异氯霉素标准品。

4.10 氯霉素标准贮备液(1 000 $\mu\text{g/L}$)

准确称取适量的氯霉素标准品,用乙腈溶解定容,配制成 1 000 $\mu\text{g/L}$ 的标准贮备液, -20 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存。工作液用乙腈稀释。

4.11 异氯霉素标准贮备液(1 000 $\mu\text{g/L}$)

准确称取适量的异氯霉素标准品,用乙腈溶解定容,配制成 1 000 $\mu\text{g/L}$ 的标准贮备液, -20 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存。工作液用乙腈稀释。

5 仪器

5.1 气相色谱仪,配微池电子捕获检测器。

- 5.2 涡动混合器。
- 5.3 冷冻离心机。
- 5.4 电子天平:感量 0.01 g 与 0.001 g。
- 5.5 组织匀浆机。
- 5.6 氮吹仪。
- 5.7 固相萃取装置。
- 5.8 固相萃取柱 HLB 或相当者:60 mg,3 mL。

6 测定步骤

6.1 提取

称取(5±0.05)g 试样,置于 50 mL 离心管中,加入 20 mL 乙酸乙酯旋涡混合 2 min,5 000 r/min 离心 15 min,分离上清液。用 20 mL 乙酸乙酯重复提取 1 次,合并两次上清液,加入 500 μL 氨水,放入 -20℃ 冰箱过夜后,在 -10℃ 条件下 6 000 r/min 离心 20 min,将全部上清液迅速转移至另一离心管中,45℃ 氮气吹干。加 500 μL 甲醇旋涡混合 1 min 后,加入 10 mL 4% 氯化钠溶液(4.5)旋涡混合 10 s,再加入 10 mL 正己烷轻摇 20 次,4 000 r/min 离心 10 min,弃上层液,用正己烷重复脱脂 1 次,加入 500 μL 氨水,混匀备用。

6.2 净化

HLB 柱用 2 mL 甲醇和 2 mL 水预洗,将上述备用液在重力作用下过柱,然后分别用 2 mL 水和 1 mL 甲醇:乙腈:水:氨水(15:15:65:5)淋洗,再用 2 mL 甲醇:乙腈:水:氨水(30:30:35:5)洗脱药物,收集洗脱液。

6.3 衍生化

洗脱液在 45℃ 氮气吹干,加入 100 μL 乙腈旋涡混合 20 s,再加 100 μL BSTFA 旋涡混合 10 s,70℃ 衍生化 20 min,取出旋涡混合 30 s,待冷却后,用氮气小流速缓慢吹干,然后用 200 μL 正己烷复溶,旋涡混合 30 s,再加入 300 μL 甲醇:水(5:5)旋涡混合 30 s,转入 500 μL 离心管中,9 000 r/min 离心 2 min,吸取上层液转入装有 200 μL 内插管的进样小瓶中,供气相色谱检测。

6.4 气相色谱测定

6.4.1 气相色谱测定参数

气相色谱柱:HP-1(5%苯基甲基硅氧烷),30 m×320 mm×0.25 μm。

载气:氮气。

柱前压:30 psi。

进样口温度:250℃。

进样量:3 μL。

分流模式:不分流。

程序升温程序:105℃ 保持 0.5 min,以 30℃/min 的速度升至 280℃,保持 5 min。以 30℃/min 的速度再升至 290℃,保持 5 min。

检测器:微池电子捕获检测器,检测温度 320℃。

6.4.2 测定

分别取适量试样溶液和相应浓度的标准工作液,作单点或多点校准,以待测物色谱峰面积与内标物色谱峰面积比值进行定量。

6.4.3 结果计算

试样中氯霉素的残留量 X ,以微克/千克表示($\mu\text{g}/\text{kg}$),按公式(1)计算:

$$X = \frac{A \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——试样色谱峰与内标色谱峰的峰面积比对应的氯霉素质量,单位为微克(μg);

f ——试样稀释倍数;

m ——试样的取样量,单位为克(g);

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后两位。

7 检测方法灵敏度、准确度、精密度

7.1 灵敏度

本方法在猪肉、鸡肉组织中的检测限为 $0.1 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

7.2 准确度

本方法回收率均为 $60\% \sim 120\%$ 。

7.3 精密度

本方法的批内变异系数 $\text{CV} \leq 21\%$,批间变异系数 $\text{CV} \leq 32\%$ 。

附录 A
(资料性附录)

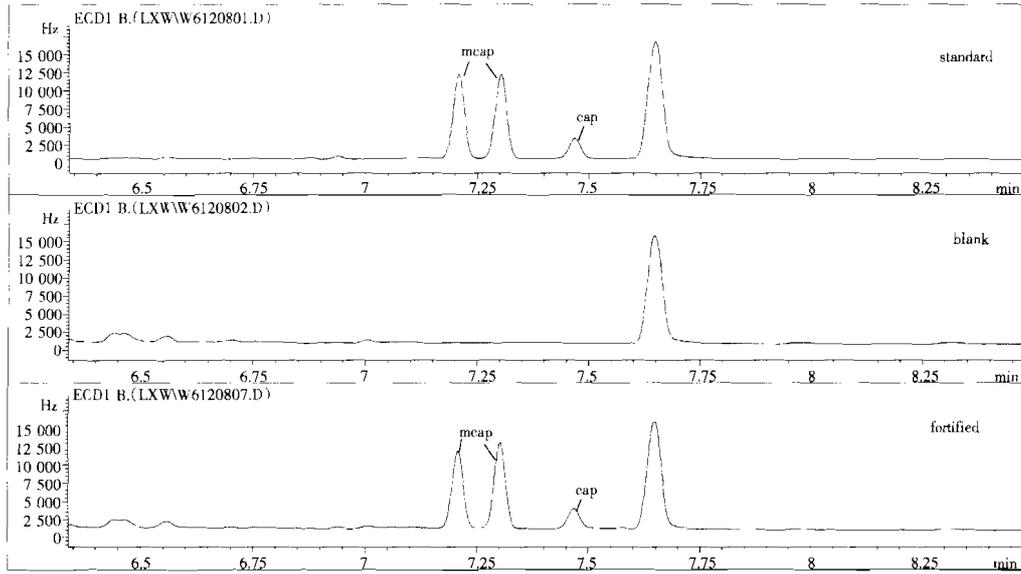


图 A.1 猪肉标准品、空白、0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 添加色谱图

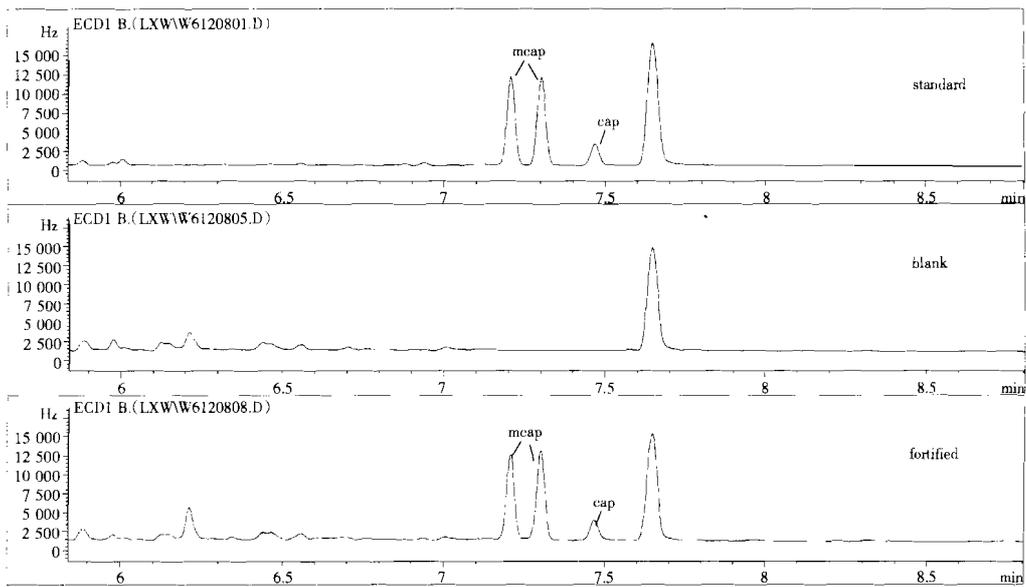


图 A.2 鸡肉标准品、空白、0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 添加色谱图