

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20743—2006

猪肉、猪肝和猪肾中杆菌肽残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of bacitracin residues
in porcine liver, kidney and muscle tissues—
LC-MS-MS method

2006-12-31 发布

2007-03-01 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

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、山东农业大学。

本标准主要起草人：庞国芳、范春林、连玉晶、李岩、郑军红、曹彦忠、张进杰、李学民、刘永明。

本标准系首次发布的国家标准。

猪肉、猪肝和猪肾中杆菌肽残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了猪肉、猪肝和猪肾中杆菌肽残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于猪肉、猪肝和猪肾中杆菌肽残留量的测定(本方法测定杆菌肽中主要成分杆菌肽 A)。

本标准的方法检出限:50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 6379. 1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义
(GB/T 6379. 1—2004,ISO 5725-1:1994, IDT)

GB/T 6379. 2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379. 2—2004,ISO 5725-2:1994, IDT)

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

3 原理

试样中杆菌肽残留用酸化的甲醇水匀浆提取,经双硫腙三氯甲烷溶液进行液液分配净化后,再经固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,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 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 三氯甲烷:色谱纯。

4.3 甲酸。

4.4 双硫腙:优级纯。

4.5 杆菌肽标准物质:纯度 $\geqslant 92.0\%$ 。

4.6 甲醇+水(1+1):量取 250 mL 甲醇(4.1)与 250 mL 水混合。

4.7 0.3%甲酸溶液:移取 3 mL 甲酸(4.3)于装有约 800 mL 水的 1 L 容量瓶中,用水定容至刻度并混匀。

4.8 0.1%甲酸甲醇溶液:移取 1 mL 甲酸于装有约 800 mL 甲醇的 1 L 容量瓶中,用甲醇定容至刻度并混匀。

4.9 0.002 5%双硫腙三氯甲烷溶液:称取 0.025 g 双硫腙(4.4)于装有约 800 mL 三氯甲烷(4.2)的 1 L 容量瓶中,用三氯甲烷定容至刻度并混匀。

4.10 饱和双硫腙三氯甲烷溶液:移取适量的 0.002 5%双硫腙三氯甲烷溶液于盛有约 100 mL 甲醇+水(1+1)的 250 mL 分液漏斗中,振摇 1 min,静置分层,取下层溶液备用。

4.11 杆菌肽标准储备溶液:准确称取适量的杆菌肽于 50 mL 容量瓶中,用 0.1%甲酸甲醇溶液配制成浓度为 0.1 mg/mL 的标准储备溶液。储备液在 2℃~4℃保存,可用 3 个月。