



中华人民共和国国家标准

GB/T 21108—2007

饲料中氯霉素的测定 高效液相色谱串联质谱法

Determination of chloramphenicol in feeds—
High performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

2007-10-24 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

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、国家饲料质量监督检验中心（北京）。

本标准主要起草人：赵根龙、高生、宋荣、张发旺。

本标准首次发布。

饲料中氯霉素的测定

高效液相色谱串联质谱法

1 范围

本标准规定了测定饲料中氯霉素的高效液相色谱串联质谱法(LC/MS/MS)。

本标准适用于配合饲料和预混合饲料中氯霉素的测定,其最低定量限为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$,最低检测浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样(GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

3 原理

饲料中的氯霉素用乙酸乙酯提取,取部分提取液用氮气吹干。残渣溶于甲醇氯化钠溶液,用正己烷萃取除去脂溶性杂质。再将氯霉素回提至乙酸乙酯,吹干。用乙腈水溶液溶解,过 C_{18} 小柱净化。最后用 LC/MS/MS 法分离、检测和定量。

4 试剂与材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。水为蒸馏水,色谱用水符合 GB/T 6682 的一级用水的规定。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 乙酸乙酯。

4.4 正己烷。

4.5 三氯甲烷。

4.6 乙腈溶液

4.6.1 乙腈溶液 I:取 5.0 mL 乙腈加水 95 mL。

4.6.2 乙腈溶液 II:吸取乙腈 50 mL 加水 50 mL。

4.7 氯化钠。

4.8 氯化钠溶液:浓度为 40 g/L,称取 40.0 g 氯化钠(4.7)加水溶解定容到 1 000 mL。

4.9 氯化钠甲醇溶液:取 200 mL 甲醇(4.2)加氯化钠溶液(4.8)800 mL。

4.10 氯霉素标准品:纯度大于 98%。

4.11 氯霉素标准液

4.11.1 标准贮备液:准确称取 100 $\text{mg} \pm 0.1 \text{ mg}$ 氯霉素标准品(4.10)用乙腈溶解,定容到 100 mL,该溶液氯霉素浓度为 1 mg/mL ,密封贮于冰箱内,有效期为一年。

4.11.2 标准中间液 I:吸取标准贮备液(4.11.1)5.00 mL,于 50 mL 容量瓶内,用乙腈溶液 II(4.6.2)定容至 50 mL,该溶液氯霉素浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$,密封贮于冰箱内,有效期 3 个月。