



中华人民共和国国家标准

GB/T 18932.20—2003

蜂蜜中氯霉素残留量的测定方法 气相色谱-质谱法

Method for the determination of chloramphenicol residues in honey—
GC-MS method

2003-12-26 发布

2004-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

GB/T 18932 的本部分的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本部分由中华全国供销合作总社归口。

本部分起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：庞国芳、刘永明、范春林、曹彦忠、张进杰、李学民、贾光群。

本部分系首次发布的国家标准。

蜂蜜中氯霉素残留量的测定方法

气相色谱-质谱法

1 范围

GB/T 18932 的本部分规定了蜂蜜中氯霉素残留量气相色谱-质谱测定方法。

本部分适用于蜂蜜中氯霉素残留量的测定。

本部分的氯霉素方法检出限:0.10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 18932 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6379 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性(GB/T 6379—1986, neq ISO 5725:1981)

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

蜂蜜试样用水溶解后,用乙酸乙酯提取试样中残留的氯霉素,提取液浓缩后再用水溶解, Oasis HLB 固相萃取柱净化,经硅烷化后用气相色谱-质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 水:GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 乙酸乙酯:色谱纯。

4.5 乙腈+水(1+7):量取 20 mL 乙腈(4.3)与 140 mL 水混合。

4.6 Oasis HLB 固相萃取柱或相当者:60 mg, 3 mL。使用前分别用 3 mL 甲醇和 5 mL 水预处理,保持柱体湿润。

4.7 吡啶:色谱纯。

4.8 六甲基二硅氮烷:色谱纯。

4.9 三甲基氯硅烷:色谱纯。

4.10 硅烷化试剂:将九份吡啶(4.7)、三份六甲基二硅氮烷(4.8)和一份三甲基氯硅烷(4.9)混合。

4.11 氯霉素标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.12 氯霉素标准储备溶液:0.1 mg/mL。准确称取适量的氯霉素标准物质(4.11),用甲醇配成 0.1 mg/mL 的标准储备液。储备液贮存在 4℃ 冰箱中,可使用两个月。

4.13 氯霉素基质标准工作溶液:选择不含氯霉素的蜂蜜样品五份,按本方法提取(7.1)和净化(7.2)后,制成蜂蜜空白样品提取液,用这五份提取液分别配成氯霉素浓度为 0.4 ng/mL, 1.0 ng/mL, 3.0 ng/mL, 10 ng/mL, 20 ng/mL 溶液,经硅烷化后配成标准工作溶液,在 4℃ 保存,可使用一周。