

应对日本肯定列表制度

检验检疫行业 标准方法汇编

(下)

国家质量监督检验检疫总局食品安全局
国家认证认可监督管理委员会科技标准部 编
中国检验检疫科学研究院



中国质检出版社
中国标准出版社

应对日本肯定列表制度 检验检疫行业标准方法汇编

(下)

国家质量监督检验检疫总局食品安全局
国家认证认可监督管理委员会科技标准部 编
中国检验检疫科学研究院

中国质检出版社
中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

应对日本肯定列表制度检验检疫行业标准方法汇编.
下/国家质量监督检验检疫总局食品安全局,国家认证认可监督管理委员会科技标准部,中国检验检疫科学研究院编. —北京:中国标准出版社,2012

ISBN 978-7-5066-6609-1

I. ①应… II. ①国… ②国… ③中… III. ①国
境检疫:卫生检疫-行业标准-汇编-中国 IV. ①R185.3-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 256655 号

中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 34.75 字数 1 017 千字
2012 年 1 月第一版 2012 年 1 月第一次印刷

*

定价 180.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

《应对日本肯定列表制度 检验检疫行业标准方法汇编》

编辑委员会

荣誉主任：葛志荣 李元平 王大宁 李怀林
主任：唐英章
副主任：田 壮 许增德 李春风 林 伟 张 立
唐光江 赵增连 刘仲书 白德美 魏丽萍
主 编：唐英章
副主编：彭 涛 李晓娟 陈冬东 代汉慧 刘晓颖
徐宝梁

编 者(按姓氏笔画排序)：

丁 涛	于文军	卫 锋	马育松	马晓刚
孔祥虹	方 智	王 东	王 鹏	王凤池
王甲正	王国民	王建华	王明泰	王金花
邓晓军	代汉慧	占春瑞	卢声宇	刘 永
朱 坚	汤志旭	汤德良	牟 峻	吴 斌
宋 欢	张 莹	张鸿伟	张朝晖	李 刚
李应国	李建华	李拥军	李贤良	李晓娟
杨 方	杨长志	杨冀州	沈崇钰	肖亚兵
陈 捷	陈冬东	陈笑梅	卓海华	岳振峰
林 峰	林安清	林维宣	林黎明	郑自强
段文仲	胡小钟	胡江涛	荣 会	赵怡芳
唐丹舟	唐英章	徐丽艳	郭 平	郭俊峰
康庆贺	梁 均	黄志强	彭 涛	彭云霞
温志海	董振霖	谢 文	蓝 芳	鲍晓霞
熊先军	薛 平	戴 华		

前 言

2006年5月29日,日本开始实施食品中农业化学品残留限量标准——“肯定列表制度”(Positive List System),其设定了5万多个具体限量标准,涉及800余种农药、兽药和饲料添加剂,对食品、农产品中所有农业化学品残留物都作了明确规定。“肯定列表制度”大幅提高了日本食品、农产品的准入门槛,给我国的食物分析检测技术带来严峻考验。

为了积极主动应对日本“肯定列表制度”,减少其对我国食品、农产品出口带来的影响,国家质量监督检验检疫总局对此高度重视,前副局长葛志荣同志亲嘱中国检验检疫科学研究院迅速开展应对肯定列表制度的系列研究工作。中国检验检疫科学研究院配合国家质检总局食品安全局和国家认证认可监督管理委员会科技标准部,紧急组织开展了检测技术研发和检验检疫行业标准的制修订工作,有效应对日本“肯定列表制度”。为此,我们于2006年7月组织相关专家成立了“应对日本‘肯定列表制度’检验检疫行业标准制修订工作组”,并确定了分3年完成的3期检验检疫行业标准制修订计划。

本书收录了截至2011年10月底发布的出入境检验检疫行业标准125项。本书分为上册和下册,上册是农药残留检测方法,收入72项检验检疫行业标准;下册是兽药残留检测方法,收入53项检验检疫行业标准。

本书可为出口日本的企业以及负责食品出口的监管单位提供技术参考,也可供企业技术人员和检测人员使用。

本书的编辑得到了国家质检总局、国家认监委有关领导的亲切关怀和鼎力支持,35个检验检疫局的近200名技术人员参与了标准的制修订工作,在此表示衷心的感谢!同时,在编写过程中还得到中国标准出版社的大力帮助,在此,谨向支持我们的同仁致以诚挚的谢意!

由于时间仓促和水平有限,本书中恐有不当和错误之处,恳请广大读者批评、指正。

编 者

2011年10月

目 录

兽药残留检测方法

一、筛选方法

(一) 单残留分析方法

SN/T 1987—2007	动物源食品中雷复尼特残留量的检测方法	高效液相色谱法	5
SN/T 2539—2010	动物源食品中乙氧喹啉残留量的测定方法	高效液相色谱法	11
SN/T 2802—2011	进出口动物源性食品中苯佐卡因残留量的测定	液相色谱法	21

(二) 多残留分析方法

SN/T 1970—2007	进出口动物源性食品中地塞米松、倍他米松、氟羟泼尼松龙和双氟美松残留量测定方法	酶联免疫法	31
SN/T 2215—2008	进出口动物源性食品中吩噻嗪类药物残留量的检测方法	酶联免疫法	41

二、确证方法

(一) 单残留分析方法

SN/T 1921—2007	进出口动物源性食品中氟甲喹残留量检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	51
SN/T 1926—2007	进出口动物源食品中敌菌净残留量检测方法		59
SN/T 1927—2007	进出口水产品中喹赛多残留量的检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	67
SN/T 1974—2007	进出口水产品中亚甲基蓝残留量检测方法	液相色谱-质谱/质谱法和高效液相色谱法	75
SN/T 1979—2007	进出口动物源性食品中吡啶酮残留量检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	85
SN/T 2153—2008	进出口动物源性食品中地昔尼尔残留量检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	93
SN/T 2157—2008	进出口动物源性食品中痢菌净残留量的检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	101
SN/T 2216—2008	进出口动物源性食品中秋水仙碱残留量的检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	109
SN/T 2219—2008	进出口动物源性食品中氨苯砜及其代谢产物残留量检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	117
SN/T 2221—2008	进出口动物源性食品中氮哌酮及其代谢产物残留量的检测方法	气相色谱-质谱法	125
SN/T 2223—2008	进出口动物源性食品中硫粘菌素残留量检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	133
SN/T 2224—2008	进出口动物源性食品中利福西明残留量检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	141
SN/T 2225—2008	进出口动物源性食品中硫普罗宁及其代谢物残留量的测定	液相色谱-质谱法	

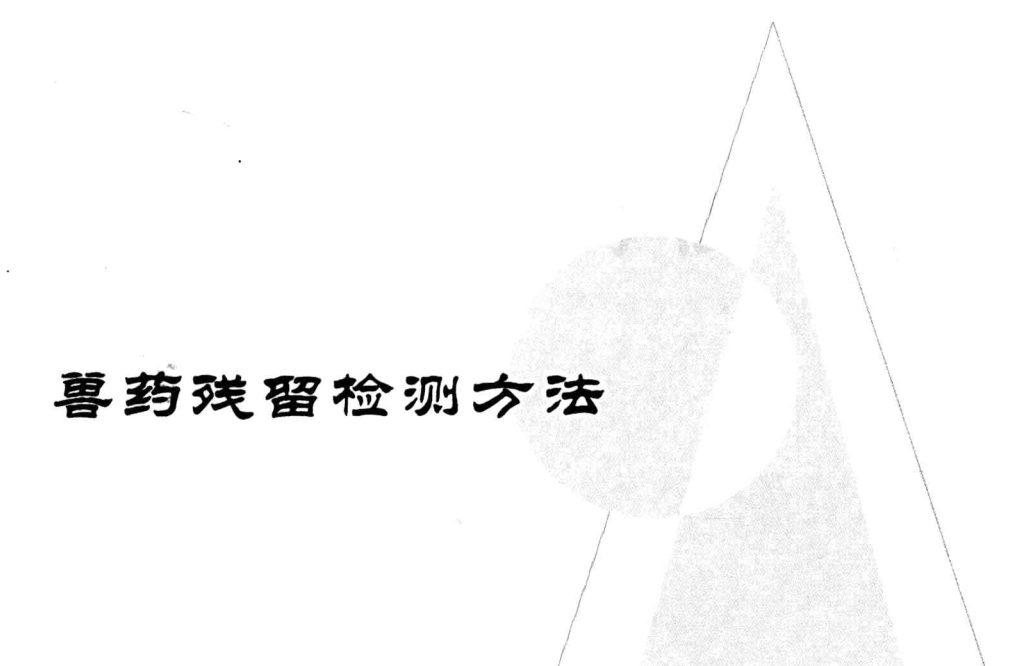
	谱/质谱法	149
SN/T 2226—2008	进出口动物源性食品中乌洛托品残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	159
SN/T 2227—2008	进出口动物源性食品中甲氧氯普胺残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	167
SN/T 2239—2008	进出口动物源性食品中氮氨菲啉残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	175
SN/T 2317—2009	进出口动物源性食品中哌嗪残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	183
SN/T 2430—2010	进出口食品中罗丹明 B 的检测方法	191
SN/T 2442—2010	动物源性食品中莫西丁克残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	203
SN/T 2445—2010	进出口动物源食品中五氯酚残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	211
SN/T 2451—2010	动物源性食品中呋喃苯烯酸钠残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	219
SN/T 2453—2010	进出口动物源性食品中二硝托胺残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	229
SN/T 2487—2010	进出口动物源食品中阿布拉霉素残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	237
SN/T 2488—2010	进出口动物源食品中克拉维酸残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	245
SN/T 2674—2010	进出口动物源性食品中那罗星残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	253
SN/T 2675—2010	进出口动物源性食品中甲噻啉残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	263
SN/T 2908—2011	出口动物源性食品中氯舒隆残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	273
SN/T 2909—2011	出口动物源性食品中羟氯柳苯胺残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	281

(二) 多残留分析方法

SN/T 1920—2007	进出口动物源性食品中敌百虫、敌敌畏、蝇毒磷残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	293
SN/T 1922—2007	进出口动物源性食品中对乙酰氨基酚、邻乙酰水杨酸残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	301
SN/T 1924—2007	进出口动物源食品中克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	309
SN/T 1925—2007	进出口蜂产品中链霉素、双氢链霉素残留量的检测方法 液相色谱-串联质谱法	319
SN/T 1928—2007	进出口动物源性食品中硝基咪唑残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	327
SN/T 1980—2007	进出口动物源性食品中孕激素类药物残留量的检测方法 高效液相色谱-质谱/质谱法	337
SN/T 1985—2007	进出口动物源性食品中吩噻嗪类药物残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	347
SN/T 1988—2007	进出口动物源食品中头孢氨苄、头孢匹林和头孢唑啉残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	355
SN/T 2113—2008	进出口动物源性食品中镇静剂类药物残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	363
SN/T 2190—2008	进出口动物源性食品中非甾体类抗炎药残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	373
SN/T 2217—2008	进出口动物源性食品中巴比妥类药物残留量的检测方法 高效液相色谱-质谱/质谱法	389

SN/T 2218—2008	进出口动物源食品中林可酰胺类药物残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	401
SN/T 2222—2008	进出口动物源性食品中糖皮质激素类兽药残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	409
SN/T 2314—2009	进出口动物源性食品中二苯脲类残留量检测方法	419
SN/T 2316—2009	动物源性食品中阿散酸、硝苯砷酸、洛克沙砷残留量检测方法 液相色谱-电感耦合等离子体/质谱法	431
SN/T 2327—2009	进出口动物源性食品中角黄素、虾青素的检测方法	439
SN/T 2443—2010	进出口动物源性食品中多种酸性和中性药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	449
SN/T 2444—2010	进出口动物源食品中甲苄喹啉和癸氧喹酯残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	515
SN/T 2538—2010	进出口动物源性食品中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	523
SN/T 2677—2010	进出口动物源性食品中雄性激素类药物残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	535

兽药残留检测方法



一、筛选方法

(一) 单残留分析方法

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1987—2007

动物源食品中雷复尼特残留量的检测方法 高效液相色谱法

Determination of rafoxanide residues in foodstuffs of animal origin—
High performance liquid chromatography

2007-08-06 发布

2008-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中华人民共和国沈阳出入境检验检疫局、中华人民共和国黑龙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：林维宣、姚家彪、康庆贺、金雁、杨芬、杨长志、冷艳霞、王宏伟。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

动物源食品中雷复尼特残留量的检测方法

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中雷复尼特的高效液相色谱检测方法。

本标准适用于牛肉、牛肝和牛肾中雷复尼特残留量的测定。

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实验方法

3 方法提要

样品用乙腈提取、中性氧化铝柱净化后浓缩定容,用配备紫外检测器的高效液相色谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 磷酸(85.0%)。
- 4.3 磷酸水溶液(pH2.5):水用 10%磷酸调至 pH=2.5。
- 4.4 正丙醇。
- 4.5 中性氧化铝:层析用 100 目~200 目,300℃灼烧 4 h,置干燥器中备用。
- 4.6 雷复尼特标准品(Rafoxanide, $C_{19}H_{11}Cl_2I_2NO_3$, CAS:22662-39-1):纯度 $\geq 98.5\%$ 。
- 4.7 雷复尼特标准储备溶液:准确称取 0.005 g 雷复尼特标准品,用少量丙酮溶解后用乙腈定容至 10 mL,浓度为 0.5 mg/mL,1℃~4℃保存,有效期为 2 个月。
- 4.8 标准工作溶液:根据需要用流动相稀释成适当浓度的标准工作溶液。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器。
- 5.2 绞肉机。
- 5.3 均质器。
- 5.4 离心机。
- 5.5 旋转蒸发器。
- 5.6 离心管:100 mL。
- 5.7 鸡心瓶:150 mL。
- 5.8 层析柱:100×10 mm(内径)具塞玻璃柱。

6 测定步骤

6.1 样品制备

从所送样品中取出有代表性样品约 500 g,将其用绞肉机绞碎,均分成两份,分别装入洁净容器中,密封,并标明标记,于-18℃以下冷冻保存。

6.2 提取

称取试样 10 g(精确至 0.01 g),加 20 mL 乙腈,以 10 000 r/min 均质 1 min 后,以 4 000 r/min 离心 5 min,取上清液。沉淀物再用 10 mL 乙腈重复提取一次,合并上清液。

6.3 净化

将上述提取液直接过填装 2 g 的经 10 mL 乙腈活化过的中性氧化铝柱,待液面接近氧化铝层上端时再加 5 mL 乙腈,流速约为 1 mL/min,收集所有流出液于鸡心瓶中,加 5 mL 正丙醇,在 40℃下旋转浓缩至近干,用流动相溶解并定容至 1 mL,过 0.45 μm 滤膜,供高效液相色谱测定。

6.4 测定

6.4.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱, 250×4.6 mm(内径), 5 μm, 或相当者;
- b) 流动相: 乙腈: 磷酸水溶液(pH2.5)=83: 17(体积比);
- c) 流速: 1.5 mL/min;
- d) 柱温: 30℃;
- e) 检测波长: 282 nm;
- f) 进样量: 20 μL。

6.4.2 高效液相色谱测定

根据试样中雷复尼特的含量情况,选定峰面积相近的标准工作溶液,对标准工作溶液和样液等体积参插进样,测定标准工作溶液和样液中雷复尼特的响应值均应在仪器检测的线性范围内。色谱图参见附录 A。

6.4.3 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

7 结果计算和表述

用色谱数据处理仪或按式(1)计算试样中雷复尼特的残留含量,计算结果需扣除空白值。

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X——试样中雷复尼特的残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A——样液中雷复尼特的峰面积;
- A_s——标准工作溶液中雷复尼特的峰面积;
- c——标准工作溶液中雷复尼特的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m——最终样液所代表的试样量,单位为克(g)。

8 方法的测定低限和回收率

8.1 测定低限

本方法雷复尼特残留量的测定低限为 0.01 mg/kg。

8.2 回收率

牛肉、牛肝、牛肾中雷复尼特的添加浓度及其回收率实验数据见表 1。

表 1 回收率

添加浓度/(mg/kg)	回收率/%		
	牛肉	牛肝	牛肾
0.01	72.4~86.1	66.3~79.6	68.3~82.5
0.10	81.9~90.5	78.5~90.2	77.2~88.6
0.40	90.4~100.4	86.3~99.2	88.8~99.5

