

《出入境检验检疫行业标准汇编 食品、化妆品检验卷》

编 委 会

主 编 郑自强 唐英章

副主编 黄志强 蒋 原 储晓刚

编 者 (按姓氏笔画排序)

王凤池 王国民 王俊苏 代汉慧 朱 坚 牟 峻

吴 斌 李卫华 李晓娟 杨 方 邹志飞 陈冬东

陈笑梅 陈 颖 岳振峰 郑文杰 康庆贺 黄晓蓉

彭 涛 曾 静 温志海 鲍晓霞 戴 华

序

检验检疫标准化工作始于上世纪二十年代末,由于进出口贸易的需要,品质检验机构开始制定部分商品的品质和检测方法标准。新中国成立后,为促进和规范我国商品进出口工作,国家规定进出口商品检验部门可制定外贸标准。1992年,为配合《中华人民共和国标准化法》的实施,进出口商品检验部门将原外贸标准和专业标准调整为进出口商品检验行业标准,代号SN。1998年,原国家进出口商品检验局、动植物检疫局和卫生检疫局“三检”合并,进出口商品检验行业标准随之更名为检验检疫行业标准。2001年底,国家质量监督检验检疫总局成立,检验检疫标准化工作整体划归国家认证认可监督管理委员会管理,由此开启了检验检疫标准化工作新篇章。

时光荏苒,不知不觉中检验检疫标准化工作已经走过了八十多个年头。2003年我曾主持编写了《出入境检验检疫行业标准汇编》,八年来,检验检疫标准化工作又有了长足的发展:行业标准数量从当初的1484项发展到现在的3181项;标准的质量也稳步提升,方法标准验证要求已比肩国际权威机构,规程标准也已开始向国际通行的合格评定程序靠拢;国际地位显著提升;标准制修订各个环节管理更加科学系统;与检验检疫业务和科技工作的联动机制逐渐成熟;检验检疫标准对检验检疫业务的覆盖日趋完善,检验检疫标准体系不断健全。今天,我非常高兴地看到检验检疫标准化工作不断推进,检验检疫行业标准再次修订汇编成册,作为检验检疫行政执法的技术依据,行业标准多年来在保国安民、服务外贸、服务质检事业发展等方面发挥着越来越重要的作用,成为检验检疫业务工作不可或缺的技术支撑。

作为一个在检验检疫部门工作了几十年的老兵,我衷心希望检验检疫标准化工作能够在继承和发扬老一辈优良作风和传统的基础上,站在国家和社会的高度,开拓创新,不断进取,持之以恒,再创辉煌;也祝愿检验检疫行业标准进一步提升国际地位,更好地为检验检疫业务工作服务,在严把国门、促进外贸,推动检验检疫事业科学发展方面做出更大贡献。



2011年9月

目 录

SN/T 2058—2008	进出口蜂王浆中氯霉素残留量测定方法 酶联免疫法	1
SN/T 2059—2008	进出口蜂王浆中链霉素和双氢链霉素残留量测定方法 酶联免疫法	7
SN/T 2060—2008	进出口蜂王浆中泰乐菌素残留量测定方法 酶联免疫法	13
SN/T 2061—2008	进出口蜂王浆中硝基咪唑类代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	19
SN/T 2062—2008	进出口蜂王浆中大环内酯类抗生素残留量的检测方法 液相色谱串联质谱法	27
SN/T 2063—2008	进出口蜂王浆中氯霉素残留量的检测方法 液相色谱串联质谱法	37
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	45
SN/T 2127—2008	进出口动物源性食品中 β -内酰胺类药物残留检测方法 微生物抑制法	55
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	63
SN/T 2160—2008	动物源食品中氢化泼尼松残留量检测方法 气相色谱-质谱/质谱法	71
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	79
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	95
SN/T 2216—2008	进出口动物源食品中秋水仙碱残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	103
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	111
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	123
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	131
SN/T 2220—2008	进出口动物源性食品中苯二氮卓类药物残留量检测方法 液相色谱-质谱/ 质谱法	139
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	153
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	161
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	171
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	179
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/ 质谱法	187
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	197
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	205
SN/T 2239—2008	进出口动物源性食品中氮氨基嘌呤残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	213
SN/T 2309—2009	进出口乳及乳制品中四环素类药物残留检测方法 放射受体分析法	221
SN/T 2310—2009	进出口乳及乳制品中 β -内酰胺类药物残留检测方法 放射受体分析法	227

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2058—2008

进出口蜂王浆中氯霉素残留量测定方法 酶联免疫法

Determination of chloramphenicol residues in royal jelly for import and export—
Enzyme-linked immunosorbent assay

2008-04-29 发布

2008-11-01 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

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。

本标准起草单位：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：张晓峰、施伟良、朱振江、方莹、董强。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

干燥,然后,立即用洗涤缓冲液按 7.2.2 条件进行洗板。要注意不能使微孔干燥。

7.3.8 迅速加入 100 μL 底物溶液于每一个微孔底部,然后,持微孔板在台面上以圆周运动方式混匀后,于 20 $^{\circ}\text{C}$ ~24 $^{\circ}\text{C}$ 避光温育 30 min。

7.3.9 迅速加入 100 μL 反应终止液于每一个微孔,然后,持微孔板在台面上以圆周运动方式混匀后,将微孔架置于酶标仪中,在 450 nm 处测量吸光度(应在加入反应终止液 30 min 内读取吸光度)。

7.4 平行试验

按以上步骤,对同一标准溶液、同一样品溶液均应进行平行试验测定。

7.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

7.6 阳性质控

每次测定均应做一个用空白样品添加氯霉素标准(4.8)的监控样品测定,以确定实验过程的准确性。

8 结果计算

从含有标准品和待测样品的吸光度(OD)值中,减去空白孔 A1、A2 的平均 OD 值。标准品和待测样品的 OD 平均值除以零标准(B1、B2)的平均 OD 值,再乘以 100。计算出各标准液和样品的百分比吸光度值。零标准为 100%(最大百分比吸光度值),其他 OD 值为最大吸光度值的百分数。

以吸光度百分比值(B/B_0)为纵坐标(%),氯霉素标准溶液浓度(ng/mL)对数值为横坐标,绘制标准工作曲线。从标准工作曲线上得到试样中相应的氯霉素浓度后,结果按式(1)进行计算:

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——样品中氯霉素的残留量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

c——从标准工作曲线上得到的样品中氯霉素浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V——样品溶液的最终定容体积,单位为毫升(mL);

m——样品溶液所代表的最终试样质量,单位为克(g)。

也可以用各种酶标仪的数据处理软件进行计算,所得结果表示至一位小数。

9 确证试验

如被测样品中为阳性结果时,应用其他方法进行确证。

10 本方法测定低限和回收率

10.1 方法测定低限

0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

10.2 回收率

本方法中氯霉素添加浓度及回收率的试验数据:

——添加量为 0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,平均回收率为 80%~90%;

——添加量为 3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,平均回收率为 83%~96%;

——添加量为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,平均回收率为 85.7%~99.6%。

附 录 A
(资料性附录)

氯霉素试剂盒(荷兰 EURO-DIAGNOSTICA 公司产品)²⁾

A.1 试剂盒组成

- A.1.1 预包装抗体的 96 孔板:12 条×8 孔。
 A.1.2 氯霉素标准溶液:0.025、0.05、0.1、0.2、0.5、2 和 100 ng/mL。
 A.1.3 重组/零标准缓冲液。
 A.1.4 氯霉素酶标记物冻干粉:根据氯霉素试剂盒中说明,可用重组/零标准缓冲液配制成氯霉素酶标记物溶液。
 A.1.5 抗氯霉素抗体冻干粉:根据氯霉素试剂盒中说明,可用重组/零标准缓冲液配制成抗氯霉素抗体溶液。
 A.1.6 底物 TMB 溶液。
 A.1.7 稀释缓冲液:可用水 4 倍稀释后使用。
 A.1.8 洗涤浓缩液:可用水 10 倍稀释后使用。
 A.1.9 反应终止液。

试剂盒应在 4℃~8℃ 避光条件下保存,溶解后的酶标记物和抗体溶液需-15℃ 条件冻存。

A.2 标准校正曲线

标准校正曲线见图 A.1。

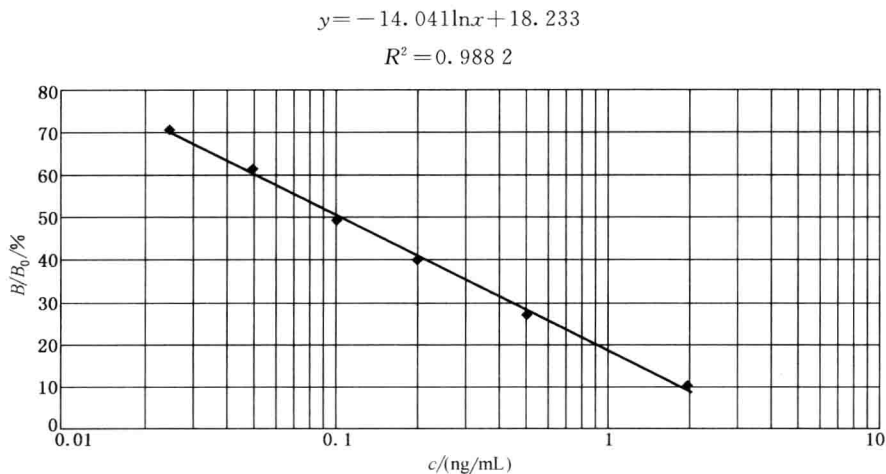


图 A.1 标准校正曲线

2) 给出该信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对某一产品的认可。如果其他产品具有相同的效果,需经实验评估后使用这些等效产品。

进出口蜂王浆中链霉素和双氢链霉素 残留量测定方法 酶联免疫法

1 范围

本标准规定了蜂王浆和王浆冻干粉中链霉素和双氢链霉素残留量的酶联免疫测定方法。
本标准适用于蜂王浆和王浆冻干粉中链霉素和双氢链霉素残留总量的测定。

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。凡是注明日期的引用文件,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。凡是不注明日期的引用文件,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 6682—1992, neq 3696:1987)

3 方法提要

本标准以酸性缓冲液来沉淀蜂王浆中蛋白质、提取残留的链霉素和双氢链霉素,然后以 HLB 柱净化。处理后样品中残留的链霉素和双氢链霉素与酶标记链霉素共同竞争结合链霉素抗体,同时链霉素抗体结合至包被有绵羊抗兔 IgG 的抗体的微孔板上,通过洗涤除去未结合的链霉素和双氢链霉素和酶标记链霉素,然后加入底物显色,用酶标仪测定吸光度,根据吸光度值得出蜂王浆中链霉素和双氢链霉素的含量。

4 试剂和材料

除去注明外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 链霉素检测试剂盒(参见附录 A)。
- 4.2 甲醇。
- 4.3 SDB 缓冲溶液:称取 1.15 g 磷酸氢二钠,0.2 g 磷酸二氢钾,0.2 g 氯化钾,30 g 氯化钠,0.5 mL 吐温-80,用水定容至 1 000 mL,用磷酸/氢氧化钠调节 pH 至 7.5。
- 4.4 庚烷磺酸钠缓冲液:称取 10.1 g 庚烷磺酸钠[$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{SO}_3\text{Na}$],11.4 g 磷酸钠($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)用水溶解并定容至 1 000 mL,用磷酸调节 pH 至 2.0。
- 4.5 10%甲醇:量取 10 mL 甲醇(4.2)用水定容至 100 mL。
- 4.6 HLB 小柱:Oasis(或相当产品),3 mL(60 mg)。
- 4.7 链霉素和双氢链霉素标准品:纯度大于等于 98%。
- 4.8 链霉素和双氢链霉素标准品溶液的配制:称取 0.25 g 链霉素或双氢链霉素,用甲醇定容至 10 mL,配制成 25 mg/mL 的储存液,于 -20°C 条件下保存。

5 仪器

- 5.1 酶标仪。
- 5.2 8道移液器:10 μL ~100 μL 。
- 5.3 单道移液器:10 μL ~100 μL ,20 μL ~200 μL ,100 μL ~1 000 μL 和 2 mL~10 mL。
- 5.4 混合振荡器。

- 5.5 高速低温离心机:6 000 r/min。
- 5.6 固相萃取装置。
- 5.7 氮吹仪。
- 5.8 具塞试管:50 mL。
- 5.9 电子天平:0.01 g~100 g。
- 5.10 酸度计。

6 试样的制备和保存

6.1 试样的制备

原始样品总量不得少于 200 g,蜂王浆充分搅拌均匀后,将样品分成两等份;冻干粉采用四分法,将样品分成两等份。分好的样品装入洁净容器,加封并做标识。

6.2 试样的保存

试样放置-20℃~-18℃条件下保存。

7 分析步骤

7.1 提取

称取 2.0 g 蜂王浆样品,置于 50 mL 具塞试管中,加入 8 mL 庚烷磺酸钠缓冲液(4.4),充分混匀,15℃条件下 6 000 r/min 离心 10 min 直至清亮,取上层液备用。HLB 小柱(4.6),依次用 1 mL 甲醇(4.2)和 1 mL 水活化,吸取 1.5 mL 样品提取液上柱,然后 3 mL 水洗,1 mL 10%甲醇(4.5)洗柱,去除残留的液体,氮气吹 2 min 干燥柱子。然后以 2 mL 甲醇(4.2)洗脱,将样品收集于干净塑料试管,氮气吹干。以 3 mL SDB 缓冲液(4.3)溶解吹干残留物,用于 ELISA 检测。最后样品稀释倍数为 10。王浆冻干粉则用水以 1:2 比例稀释,充分浸泡(2 h 以上)后,称取 2.0 g 按照上述王浆前处理方法进行提取,最后以 2 mL SDB 缓冲液溶解吹干残留物,最后样品稀释倍数为 20。

7.2 测定条件¹⁾

7.2.1 操作条件

所有操作应在室温下(20℃~24℃)进行,链霉素试剂盒中所有试剂的温度均应回升至室温(20℃~24℃)后方可使用。

7.2.2 洗板条件

人工洗涤次数 5 次以上,每次加入洗涤液量为 250 μL;自动洗板可以预定 5 次。

7.2.3 酶标仪测定条件

酶标仪测定波长为 450 nm。

7.3 测定步骤

7.3.1 将测定需用的微孔板备齐并插入微孔架上,记录标准品及样品等在微孔架上的位置。

7.3.2 吸取 100 μL 零浓度标准品于孔 A1、A2;并吸取 50 μL 零浓度标准品于孔 B1、B2;分别吸取 50 μL 链霉素标准溶液(浓度分别为:0.25、0.5、1.0、2.0、10.0、20.0 ng/mL)于孔 C1、C2—H1、H2;分别吸取 50 μL 样品提取液于其余微孔中。测定中吸取不同的试剂和样品溶液时应更换吸头。

7.3.3 分别吸取 25 μL 链霉素酶标记物溶液于除 A1、A2 外的每一个微孔。

7.3.4 分别吸取 25 μL 链霉素抗体溶液于除 A1、A2 外的每一个微孔。

7.3.5 用封口膜封孔条,并持微孔板在台面上以圆周运动方式混匀。

7.3.6 将酶标板置于 4℃避光温育 1 h。

1) 给出该信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对某一产品操作步骤的认可。如果其他产品的操作步骤有不同,需经实验评估后采用。

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。

本标准起草单位：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：施伟良、张晓峰、黎昊雁、朱振江、何永强。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

7.6 阳性质控

每次测定均应做一个添加自配泰乐菌素标准品溶液(4.6)的监控样品。以确定实验过程的操作准确性。

8 结果计算

标准品和样品的 OD 平均值除以零标准(A1、A2)的平均 OD 值,再乘以 100,计算出各标准液和样品的百分比吸光度值。零标准为 100%(最大吸光度值),其他 OD 值为最大吸光度值的百分数。

以吸光度的百分比值(B/B_0)为纵坐标(%),泰乐菌素标准溶液浓度(ng/mL)的对数值为横坐标,绘制标准工作曲线。从标准工作曲线上得到试样中相应的泰乐菌素浓度后,结果按式(1)进行计算:

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——样品中泰乐菌素的残留量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

c——从标准工作曲线上得到的样品中泰乐菌素浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V——样品溶液的最终定容体积,单位为毫升(mL);

m——样品溶液所代表的最终试样质量,单位为克(g)。

也可以用各种酶标仪的数据处理软件进行计算。所得结果表示至一位小数。

9 确证试验

如被测样品中泰乐菌素残留量的值大于限量要求时,应用其他方法进行确证。

10 本方法测定低限和回收率

10.1 检测低限

本方法的检测低限为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

10.2 回收率

本方法泰乐菌素添加浓度和回收率实验数据:

——添加量为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,回收率为 73%~97%;

——添加量为 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,回收率为 82.7%~113.7%;

——添加量为 500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,回收率为 87.4%~112.8%。

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2061—2008

进出口蜂王浆中硝基呋喃 类代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of nitrofuran metabolites residues
in royal jelly for import and export—
HPLC-MS/MS

2008-04-29 发布

2008-11-01 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

本标准的附录 A、附录 B 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。

本标准起草单位：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈笑梅、刘海山、谢文、单慧君、俞春燕、杨磊、钱艳、吴娟。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

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上海出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：朱坚、邓晓军、郭德华、李波。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

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

1 范围

本标准规定了进出口动物源性食品中氯丙嗪和地西洋两种镇静剂类药物残留量检验的制样和液相色谱-质谱/质谱定量测定和定性的确证方法。

本标准适用于肉类、肾脏中氯丙嗪和地西洋药物残留量的测定。

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试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 试样的制备与保存

3.1 肉样:从所取全部样品中取出有代表性样品约 500 g,用粉碎机粉碎,混合均匀,均分成两份,分别装入洁净容器作为试样,密封并标明标记,将试样存放于 -18°C 冰箱中保存。

3.2 肾脏:从所取全部样品中取出有代表性样品约 100 g,去掉髓质,用粉碎机粉碎,混合均匀,均分成两份,分别装入洁净容器作为试样,密封并标明标记,将试样存放于 -18°C 冰箱中保存。

3.3 在制样的操作过程中,应尽可能避光并防止样品污染或发生残留物含量的变化。

4 方法提要

样品中加入 D_6 -氯丙嗪作内标,用乙腈提取,提取液经 20%氯化钠溶液稀释后,用硫酸水溶液调节 pH 至 4.8~5.0,OASIS HLB 固相萃取小柱净化,经浓缩后,用高效液相色谱/串联质谱测定,内标法定量。

5 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 乙腈:高效液相色谱级。

5.2 甲醇:高效液相色谱级。

5.3 甲酸:高效液相色谱级。

5.4 乙酸铵。

5.5 氯化钠。

5.6 硫酸水溶液:0.05 mol/L 和 0.01 mol/L。

5.7 酸性乙腈:在 100 mL 乙腈中加入 5 mL 0.05 mol/L 硫酸水溶液。

5.8 20%氯化钠水溶液:在 100 mL 水中加入 20 g 氯化钠。

5.9 流动相 A:取 1 000 mL 乙腈,加入 1.0 mL 甲酸,超声混匀。

5.10 流动相 B:称取 0.154 g 乙酸铵,加入 1.0 mL 甲酸,用水溶解并定容至 1 000 mL,超声混匀。

5.11 SPE 小柱:OASIS HLB,500 mg,6 mL,或相当者。