

农业部文件

农牧发[2001]38号

关于发布动物源食品中兽药残留检测方法的通知

各省、自治区、直辖市畜牧（农牧、农业）厅（局、办）：

根据《中国动物及动物源食品中残留物质监控计划》（农牧发[1999]8号）的规定，经审核，现发布10种动物源食品中兽药残留检测方法，请各地遵照执行。原我部《关于发布兽药及其它化学物质在动物可食性组织中残留检测方法的通知》（农牧发[1998]17号）中刊载的同一兽药残留检测方法同时废止。

附件：动物源食品中兽药残留检测方法

二〇〇一年十一月一日

动物源食品中呋喃酮残留检测方法 ——高效液相色谱法

[文献标识码] E [文章编号] 1002-1280(2002)02-0013-02 [中图分类号] S859.84

农业部于2001年11月1日发布农牧发[2001]38号文,发布10种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之一:动物源食品中呋喃唑酮残留检测方法—高效液相色谱法,全文如下:

动物源食品中呋喃唑酮残留检测方法—高效液相色谱法

1 范 围

本标准规定了动物源食品中呋喃唑酮残留量的检测的制样和高效液相色谱测定方法。

本标准适用于鸡的肌肉、肝脏、肾脏组织和鱼肉中呋喃唑酮残留量检测。

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 1.1-2000 标准化工作导则第1部分:标准的结构和编写规则(ISO/IEC Directives, Part 3, 1997, Rules for the structure and drafting of International Standards, NEQ)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T ××××—2001 动物源食品中兽药残留检测方法标准编制规则

3 制 样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻空白或供试组织,绞碎并使均匀。

3.2 样品的保存 -20℃冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 组织加 C_{18} 混匀后装柱,用

正己烷冲洗,真空抽干后,用乙酸乙酯洗脱,洗脱液减压浓缩至干后用流动相溶解,过氧化铝小柱后,用高效液相色谱测定。

4.2 试剂和材料 以下所用试剂,除特殊注明者外均为分析纯试剂;水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 呋喃唑酮对照品 含呋喃唑酮($C_8H_7N_3O_5$)不得少于99.0%。

4.2.2 乙腈 色谱纯

4.2.3 磷酸

4.2.4 正己烷

4.2.5 乙酸乙酯

4.2.6 甲醇

4.2.7 C_{18} 10 μ m~40 μ m,使用前分别用二倍体积的正己烷、乙酸乙酯和甲醇依次冲洗,并抽气至干,晾干后待用。

4.2.8 0.015mol/L 磷酸溶液 取磷酸1ml,用水稀释至1000ml。

4.2.9 呋喃唑酮标准溶液 称取呋喃唑酮对照品约10mg,105℃干燥4h,精密称定,置50ml棕色量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,制成浓度为200 μ g/ml的贮备液,置4℃冰箱中保存。临用前,取此储备液,用流动相稀释成浓度为0.05 μ g/ml~2.00 μ g/ml的标准工作液。

4.3 仪器和设备

4.3.1 高效液相色谱仪(配紫外检测器)

4.3.2 分析天平

4.3.3 旋转蒸发器

4.3.4 旋涡混合器

4.3.5 真空泵

4.3.6 研钵

4.3.7 玻璃层析柱 300mm ×15mm (i. d.), 下端配有 G4 砂芯滤板。

4.3.8 氧化铝小柱 (制备:取中性氧化铝(100~200目)0.1g,装入内径为4mm的下端配有砂芯滤板的柱内,用前用5ml乙酸乙酯预洗,晾干后使用。)

4.4 测定步骤

4.4.1 试料的制备 试料的制备包括:

——取绞碎后的供试样品,作为供试试料。

——取绞碎后的空白样品,作为空白试料。

——取绞碎后的空白样品,添加适宜浓度的标准溶液,作为空白添加试料。

4.4.2 提取 称取(2 ±0.05)g 试料,加 C₁₈约3g(水多可适当多加),置玻璃研钵中,用研杵混匀,混匀时应保持轻微压力沿同一方向研磨,直至组织与 C₁₈成一均匀物质。将其转入玻璃层析柱中,层析柱置于抽气瓶上,用20ml正己烷冲洗层析柱,洗液弃去,用真空泵抽气至干,再用30ml乙酸乙酯洗脱(用真空泵抽气,使其流速约为2ml/min),收集洗脱液置50ml鸡心瓶中,于60°C下旋转减压蒸发至近干。

4.4.3 净化 用流动相0.5ml~1.0ml涡流振荡溶解残渣,过氧化铝小柱,收集过柱液,用0.45μm微孔滤膜过滤,收集滤液作为试样溶液,供高效液相色谱仪测定。

4.4.4 测定

4.4.5 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱:C₁₈柱,300mm ×3.9mm (i. d.),粒径5μm,或相当者。流动相:乙腈-0.015mol/L磷酸溶液(20+80,v/v);流速:1.0ml/min;检测波长:367nm;进样量20μl。理论板数按呋喃唑酮峰计算,应不低于1500。

4.4.6 测定法 取适量试样溶液和相应浓度的标准工作液,作单点或多点校准,以色谱峰面积积分值定量。标准工作液及试样溶液中呋喃唑酮的响应值均应在仪器检测的线性范围之内。在上述色谱条件下,呋喃唑酮的保留时间在4.5min附近。标准品液

相色谱图件附录A中图A.1。

4.4.7 空白试验 除不加试料外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

4.4.8 结果计算和表述 按下式计算供试组织中呋喃唑酮的残留量:

$$X = \frac{A C_s}{A_s W} V$$

式中:

X—供试组织中呋喃唑酮的残留量(mg/kg);

A—供试试料试样溶液中呋喃唑酮的峰面积;

A_s—标准工作液中呋喃唑酮的峰面积;

C_s—标准工作液中呋喃唑酮的浓度(μg/ml);

W—供试组织样品重量(g);

V—供试试料提取液浓缩近干后残余物溶解的总体积(ml)。

注:计算结果需扣除空白值。

5 检测方法灵敏度、准确度、精密度的

5.1 灵敏度 本方法在鸡的肌肉组织中的检测限为10μg/kg,在肝脏、肾脏组织中的检测限为50μg/kg;在鱼肉组织中的检测限为25μg/kg。

5.2 回收率 本方法在鸡的肌肉组织中回收率为80%~110%、肝脏组织中回收率为60%~130%、肾脏组织中回收率为50%~140%;在鱼肉组织中回收率为70%~120%。

5.3 精密度 本方法的批内变异系数CV 10%,批间变异系数CV 25%。

附录A(资料性附录) 高效液相色谱图

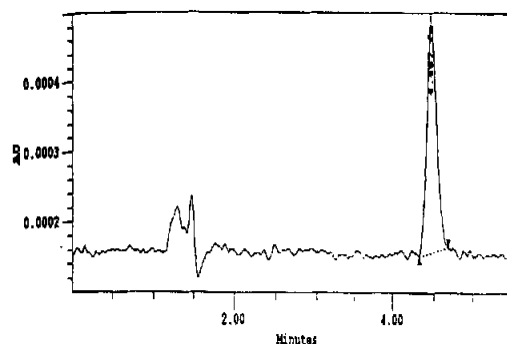


图 A.1 呋喃唑酮标准溶液色谱图

动物源食品中磺胺对甲氧嘧啶残留 检测方法——高效液相色谱法

[文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2002)03-0014-03 [中图分类号] S859.84

农业部于 2001 年 11 月 1 日发布 38 号文,发布 10 种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之二:动物源食品中磺胺对甲氧嘧啶残留检测方法——高效液相色谱法,全文如下:

动物源食品中磺胺对甲氧嘧啶残留检测方法——高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中磺胺对甲氧嘧啶残留量检测的制样和液相色谱测定方法。

本标准适用于鸡的肌肉、肝脏、肾脏组织中磺胺对甲氧嘧啶的残留量检测。

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 6682-1992 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T XXXX-2001 动物源食品中兽药残留检测方法标准编制规则

3 制样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻的空白组织或供试组织,绞碎并使均匀。

3.2 样品的保存 -20℃ 冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 试料中残留的磺胺对甲氧嘧啶先经三氯甲烷提取,再用碱性氯化钠溶液从中提取,调节该提取液 pH 值使成 6.0,过 Sep-Pak C₁₈ 柱,用甲醇洗脱。洗脱液作为试样溶液供高效液相色谱(紫外检测器)测定,外标法定量。

4.2 试剂和材料 以下所用的试剂,除特别注明者

外均为分析纯试剂;水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.2.1 磺胺对甲氧嘧啶 含磺胺对甲氧嘧啶(C₁₁H₁₂N₄O₃S)不得少于 99.0%

4.2.2 甲醇 色谱纯

4.2.3 乙腈

4.2.4 三氯甲烷

4.2.5 氯化钠

4.2.6 氢氧化钠

4.2.7 磷酸二氢钠

4.2.8 碱性氯化钠溶液 取氯化钠 10.0g,加 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液溶解并稀释至 100ml。

4.2.9 磷酸二氢钠缓冲液 c(NaH₂PO₄) 1.0mol/L 取磷酸二氢钠 120g,加水溶解并稀释至 1000ml,用 1 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.0。

4.2.10 磷酸盐溶液 取磷酸二氢钾 3.40g 和磷酸氢二钾 5.71g,加水溶解并稀释至 1000ml。

4.2.11 磺胺对甲氧嘧啶标准溶液 准确称取磺胺对甲氧嘧啶 100mg,加乙腈溶解并稀释成浓度为 0.1 mg/ml 的储备液,置 4℃ 冰箱中保存。有效期 1 个月。临用前,取此储备液用水稀释成适当浓度的标准工作液。

4.2.12 磺胺二甲嘧啶标准溶液 准确称取磺胺二甲嘧啶 100mg,加乙腈溶解并稀释成浓度为 0.1 mg/ml 的储备液,置 4℃ 冰箱中保存。有效期 1 个月。临用前,取此储备液用水稀释成适当浓度的标准工作液。

4.3 仪器和设备

4.3.1 高效液相色谱仪(配紫外检测器)

4.3.2 分析天平 感量 0.0001g

4.3.3 匀浆机

4.3.4 水平振荡器

4.3.5 离心机

4.3.6 旋涡振荡器

4.3.7 Sep-Pak^(R) C₁₈固相萃取小柱 500mg/3ml, 含碳量高于 14%¹⁾, 或相当者。

4.4 测定步骤

4.4.1 试料的制备 试料的制备包括:

——取绞碎后的供试样品, 作为供试试料。

——取绞碎后的空白样品, 作为空白试料。

——取绞碎后的空白样品, 添加适宜浓度的标准溶液作为空白添加试料。

4.4.2 提取 称取(5 ± 0.05)g 试料, 置于 50ml 聚丙烯塑料离心管中, 加 25ml 三氯甲烷匀浆, 加盖, 置水平振荡器中以 240 次/min 振荡 20 min, 3000 r/min 离心 5 min。分离后取有机相留用, 残渣用 25ml 三氯甲烷同法处理, 合并两次有机相, 置 125ml 分液漏斗中。加碱性氯化钠溶液 10.0ml, 强力混合 1 min, 静置, 分层, 取上层水相置于 25ml 离心管中, 3000r/min 离心 5min, 取 8.0ml 上层水相于 25ml 离心管中。加入磷酸二氢钠缓冲液 10.0ml, 旋涡混合 20s, 备用。

4.4.3 净化 Sep-Pak C₁₈柱用 20ml 甲醇润洗, 接着再加 20ml 水润洗, 润洗完毕后, 加入上述备用液过柱, 然后用 20ml 水润洗, 在水刚滴完时, 即刻加入 1ml 乙腈洗脱, 收集洗脱液, 置 50 水浴中在 N₂ 流下挥干, 残渣用 0.5ml ~ 1ml 流动相溶解作为试样溶液, 供高效液相色谱分析。

4.4.4 标准曲线的制备 准确量取储备液适量, 加水稀释制成浓度分别为 0.01, 0.05, 0.10, 0.25, 0.50μg/ml 的磺胺二甲嘧啶溶液, 供高效液相色谱分析。

4.4.5 测定

4.4.5.1 色谱条件

色谱柱: C₁₈柱, 250mm × 4.6mm (i. d.), 粒径 5μm, 或相当者。

流动相: 磷酸盐溶液-甲醇 (65 + 35), 用前过 0.45μm 滤膜, 并超声脱气 5min。

流速: 1ml/min。

检测波长: 265nm。

进样量: 20μl ~ 50μl。

4.4.5.2 测定法 根据试样溶液中磺胺二甲嘧啶残留量情况, 进行标准曲线或单点校准。当残留量在标准曲线范围之内时, 采用标准曲线校准。当残留量超过标准曲线浓度最大点时, 选定峰面积相近的标准工作溶液进行单点校准。标准溶液液相色谱图见附录 A 中图 A.1。

4.5.1 标准曲线校准 将标准曲线的浓度和对应峰面积进行回归分析, 然后按下式计算供试组织中磺胺对甲氧嘧啶残留量。

$$X = \frac{A - b}{a}$$

式中:

X—供试组织中磺胺对甲氧嘧啶残留量 (mg/kg);

A—供试试料试样溶液中磺胺对甲氧嘧啶的峰面积;

b—标准曲线回归方程中截距;

a—标准曲线回归方程中斜率。

4.5.2 单点校准 按下式计算供试组织中磺胺对甲氧嘧啶残留量:

$$X = \frac{m_1}{m} \times D$$

式中:

X—供试组织中磺胺对甲氧嘧啶残留量 (mg/kg);

m₁—供试试料试样溶液色谱峰的峰面积对应的磺胺对甲氧嘧啶的量 (μg);

D—稀释倍数;

m—供试试料量 (g)。

注: 计算结果需扣除空白值。

1) Sep-Pak^(R) C₁₈固相萃取小柱由 Waters Corporation (34 Maple Street Milford MA, USA) 提供的产品的商品名称。

5 检测方法灵敏度、准确度、精密度

5.1 灵敏度 本方法在鸡的肌肉、肝脏和肾脏组织中的检测限为 20µg/ kg。

5.2 准确度 本方法在 100µg/ kg 添加水平上的回收率均为 80 % ~ 110 %。

5.3 精密度 本方法的批内变异系数 CV 10 % , 批间变异系数 CV 20 %。

附录 A
(资料性附录)
高效液相色谱图

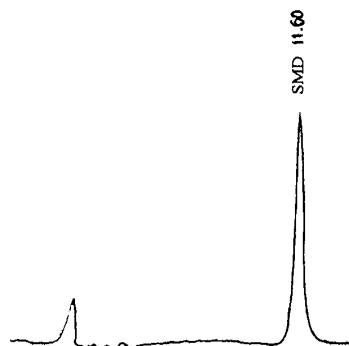


图 A.1 磺胺对甲氧嘧啶标准溶液色谱图
(农业部畜牧兽医局供稿)

农业部核发生物制品批准文号

[文献标识码] E [文章编号] 1002-1280(2002)03-0016-01 [中图分类号] S851.66

农业部于 2001 年 11 月 14 日发布“ (2001) 农牧(药文) 字第 23、24 号 ”文。全文如下：

(2001) 农牧(药文) 字第 23 号

辽宁省益康生物制品厂：

你厂《关于鸡传染性支气管炎活疫苗(W93 株)生产批准文号的申请报告》收悉。经研究,同意你厂生产鸡传染性支气管炎活疫苗(W93 株),并核发批准文号为“ 农生药试字(2001)052263 ”,该批准文号的有效期为 2 年。该产品的生产、检验、销售等请严格按照《兽用生物制品管理办法》的规定执行。

二 一年十一月十四日

(2001) 农牧(药文) 字第 24 号

北京海淀中海动物保健科技公司：

你公司《关于申请核发鸡传染性支气管炎活疫苗(W93 株)生产批准文号的函》收悉。经研究,同意你公司生产鸡传染性支气管炎活疫苗(W93 株),并核发批准文号为“ 农生药试字(2001)512263 ”,该批准文号的有效期为 2 年。该产品的生产、检验、销售等请严格按照《兽用生物制品管理办法》的规定执行。

二 一年十一月十四日

(农业部畜牧兽医局供稿)

动物源食品中磺胺二甲嘧啶残留检测方法

—— 高效液相色谱法

[文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2002)04-0015-02 [中图分类号] S859.84

农业部于2001年11月1日发布38号文,发布10种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之三:动物源食品中磺胺二甲嘧啶残留检测方法-高效液相色谱法,全文如下:

动物源食品中磺胺二甲嘧啶残留检测方法 - 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中磺胺二甲嘧啶残留量检测的制样和液相色谱测定方法。

本标准适用于鸡的肌肉、肝脏、肾脏组织中磺胺二甲嘧啶的残留量检测。

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 6682-1992 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T ××××-2001 动物源食品中兽药残留检测方法标准编制规则

3 制样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻的空白组织或供试组织,绞碎并使均匀。

3.2 样品的保存 -20℃ 冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 试料中残留的磺胺二甲嘧啶先经三氯甲烷提取,再用碱性氯化钠溶液从中提取,调节该提取液pH值使成6.0,过Sep-Pak C₁₈柱,用甲醇洗脱。洗脱液作为试样溶液供高效液相色谱(紫外检测器)测定,外标法定量。

4.2 试剂和材料 以下所用的试剂除特别注明者外均为分析纯试剂;水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 磺胺二甲嘧啶 含磺胺二甲嘧啶(C₁₂H₁₄N₄O₂S)不得少于99.0%。

4.2.2 甲醇 色谱纯。

4.2.3 乙腈

4.2.4 三氯甲烷

4.2.5 氯化钠

4.2.6 氢氧化钠

4.2.7 磷酸二氢钠

4.2.8 碱性氯化钠溶液 取氯化钠10.0g加0.1mol/L氢氧化钠溶液溶解并稀释至100ml。

4.2.9 磷酸二氢钠缓冲液c(NaH₂PO₄) 1.0mol/L 取磷酸二氢钠120g,加水溶解并稀释至1000ml,用1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至6.0。

4.2.10 磷酸盐溶液 取磷酸二氢钾3.40g和磷酸氢二钾5.71g,加水溶解并稀释至1000ml。

4.2.11 磺胺二甲嘧啶标准溶液 准确称取磺胺二甲嘧啶100mg,加乙腈溶解并稀释成浓度为0.1mg/ml的储备液,置4℃冰箱中保存。有效期1个月。临用前,取此储备液用水稀释成适当浓度的标准工作液。

4.3 仪器和设备

4.3.1 高效液相色谱仪(配紫外检测器)

4.3.2 分析天平 感量0.0001g。

4.3.3 匀浆机

4.3.4 水平振荡器

4.3.5 离心机

4.3.6 旋涡振荡器

4.3.7 Sep-Pak[®]C₁₈固相萃取小柱 500mg/3ml,含碳量高于14%¹⁾,或相当者。

1) Sep-Pak[®]C₁₈固相萃取小柱是Waters Corporation (34 Maple Street Milford MA, USA)提供的产品的商品名称。

4.4 测定步骤

4.4.1 试料的制备 试料的制备包括:

- 取绞碎后的供试样品,作为供试试料。
- 取绞碎后的空白样品,作为空白试料。
- 取绞碎后的空白样品,添加适宜浓度的标准溶液作为空白添加试料。

4.4.2 提取 称取 (5±0.05) g 试料 置于50ml聚丙烯塑料离心管中,加 25ml 三氯甲烷匀浆,加盖,置水平振荡器中以240次/min振荡20min,3000r/min离心5min。分离后取有机相留用,残渣用 25ml 三氯甲烷同法处理,合并两次有机相,置125ml分液漏斗中。加碱性氯化钠溶液 10.0ml,强力混合1min,静置,分层,取上层水相置于25ml离心管中,3000r/min离心5min,取 8.0ml 上层水相于 25ml 离心管中。加入磷酸二氢钠缓冲液 10.0ml,旋涡混合 20s,备用。

4.4.3 净化 Sep-Pak C₁₈柱用20ml甲醇润洗,接着再加 20ml 水润洗,润洗完毕后,加入上述备用液过柱,然后用 20ml 水润洗,在水刚滴完时,即刻加入 1ml 乙腈洗脱,收集洗脱液,置 50 水浴中在 N₂ 流下挥干,残渣用 0.5ml ~ 1ml 流动相溶解作为试样溶液,供高效液相色谱分析。

4.4.4 标准曲线的制备 准确量取储备液适量,加水稀释制成浓度分别为0.01, 0.05, 0.10, 0.25, 0.50 μg/ml 的磺胺二甲嘧啶溶液,供高效液相色谱分析。

4.4.5 测定

4.4.5.1 色谱条件 色谱柱:C₁₈柱, 250mm × 4.6mm (i.d.) ,粒径5μm,或相当者。

流动相:磷酸盐溶液-甲醇(65+35),用前过0.45 μm 滤膜,并超声脱气5min。

流速:1ml/min。

检测波长:265nm。

进样量:20 μl ~ 50 μl 。

4.4.5.2 测定法 根据试样溶液中磺胺二甲嘧啶残留量情况,进行标准曲线或单点校准。当残留量在标准曲线范围之内时,采用标准曲线校准。当残留量超过标准曲线浓度最大点时,选定峰面积相近的标准工作溶液进行单点校准。标准溶液液相色谱图见附录A中图A.1。

4.4.6 空白试验 除不加试料外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

4.4.7 结果计算和表述

4.4.7.1 标准曲线校准 将标准曲线的浓度和对应峰面积进行回归分析,然后按下式计算供试组织中磺胺二甲嘧啶残留量:

$$X = \frac{A - b}{a}$$

式中:

X—供试组织中磺胺二甲嘧啶残留量(mg/kg); A—供试试料试样溶液中磺胺二甲嘧啶的峰面积; b—标准曲线回归方程中截距; a—标准曲线回归方程中斜率。

4.4.7.2 单点校准 按下式计算供试组织中磺胺二甲嘧啶残留量:

$$X = \frac{m_1}{m} \times D$$

式中:

X—供试组织中磺胺二甲嘧啶残留量(mg/kg); m₁—供试试料试样溶液色谱峰的峰面积对应的磺胺二甲嘧啶的量(μg); D—稀释倍数; m—供试试料量(g)。

注:计算结果需扣除空白值。

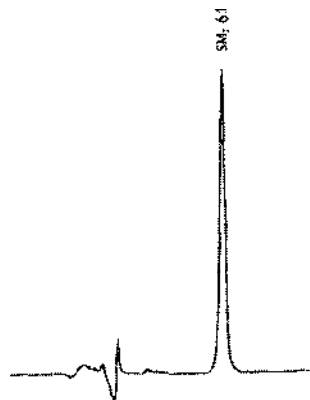
5 检测方法灵敏度、准确度、精密度的

5.1 灵敏度 本方法在鸡的肌肉、肝脏和肾脏组织中检测限为 20 μg/kg。

5.2 准确度 本方法在100 μg/kg添加水平上的回收率均为 80% ~ 110%。

5.3 精密度 本方法的批内变异系数CV 10%,批间变异系数CV 20%。

附录A (资料性附录) 高效液相色谱图



图A.1 磺胺二甲嘧啶标准溶液色谱图

动物源食品中磺胺喹噁啉残留检测方法

—— 高效液相色谱法

[文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2002)05-0022-02 [中图分类号] S859.84

农业部于2001年11月1日发布38号文,发布10种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之四:动物源食品中磺胺喹噁啉残留检测方法-高效液相色谱法,全文如下:

动物源食品中磺胺喹噁啉残留检测方法 - 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中磺胺喹噁啉残留量检测的制样和液相色谱测定方法。

本标准适用于鸡的肌肉、肝脏、肾脏组织中磺胺喹噁啉的残留量检测。

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 6682-1992 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T × × × ×-2001 动物源食品中兽药残留检测方法标准编制规则

3 制 样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻的空白组织或供试组织,绞碎并使均匀。

3.2 样品的保存 -20 冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 试料中残留的磺胺喹噁啉先经三氯甲烷提取,再用碱性氯化钠溶液从中提取,调节该提取液pH值使成6.0,过Sep-Pak C₁₈柱,用甲醇洗脱。洗脱液作为试样溶液供高效液相色谱(紫外检测器)测定,外标法定量。

4.2 试剂和材料 以下所用的试剂,除特别注明者外均为分析纯试剂;水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 磺胺喹噁啉 含磺胺喹噁啉(C₁₄H₁₂N₄O₂S)不

得少于99.0%。

4.2.2 甲醇 色谱纯。

4.2.3 乙腈

4.2.4 三氯甲烷

4.2.5 氯化钠

4.2.6 氢氧化钠

4.2.7 磷酸二氢钠

4.2.8 碱性氯化钠溶液 取氯化钠10.0g加0.1mol/L氢氧化钠溶液溶解并稀释至100ml。

4.2.9 磷酸二氢钠缓冲液c(NaH₂PO₄) 1.0mol/L 取磷酸二氢钠120g,加水溶解并稀释至1000ml,用1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至6.0。

4.2.10 磷酸盐溶液 取磷酸二氢钾3.40g和磷酸氢二钾5.71g,加水溶解并稀释至1000ml。

4.2.11 磺胺喹噁啉标准溶液 准确称取磺胺喹噁啉100mg,加乙腈溶解并稀释成浓度为0.1mg/ml的储备液,置4 冰箱中保存。有效期1个月。临用前,取此储备液用水稀释成适当浓度的标准工作液。

4.3 仪器和设备

4.3.1 高效液相色谱仪(配紫外检测器)

4.3.2 分析天平 感量0.0001g

4.3.3 匀浆机

4.3.4 水平振荡器

4.3.5 离心机

4.3.6 旋涡振荡器

4.3.7 Sep-Pak[®]C₁₈固相萃取小柱 500mg/3ml,含碳量高于14%¹⁾,或相当者。

4.4 测定步骤

1) Sep-Pak[®] C₁₈固相萃取小柱是由Waters Corporation (34 Maple Street Milford MA, USA)提供的产品的商品名称。

4.4.1 试料的制备 试料的制备包括:

- 取绞碎后的供试样品, 作为供试试料。
- 取绞碎后的空白样品, 作为空白试料。
- 取绞碎后的空白样品, 添加适宜浓度的标准溶液作为空白添加试料。

4.4.2 提取 称取 (5±0.05) g 试料 置于50ml聚丙烯塑料离心管中, 加25ml 三氯甲烷, 匀浆, 加盖, 置水平振荡器中以240次/min振荡20min, 3000r/min离心5min。分离后取有机相留用, 残渣用25ml 三氯甲烷同法处理, 合并两次有机相, 置125ml 分液漏斗中。加碱性氯化钠溶液10.0ml, 强力混合1min, 静置, 分层, 取上层水相置于25ml 离心管中, 3000r/min离心5min, 取8.0ml 上层水相于25ml 离心管中。加入磷酸二氢钠缓冲液10.0ml, 旋涡混合20s, 备用。

4.4.3 净化 Sep-Pak C₁₈柱用20ml 甲醇润洗 接着再加20ml 水润洗, 润洗完毕后, 加入上述备用液过柱, 然后用20ml 水润洗, 在水刚滴完时, 即刻加入1ml 乙腈洗脱, 收集洗脱液, 置50 水浴中在N₂流下挥干, 残渣用0.5ml~1ml 流动相溶解作为试样溶液, 供高效液相色谱测定。

4.4.4 标准曲线的制备 准确量取储备液适量 加水稀释制成浓度分别为0.01, 0.05, 0.10, 0.25, 0.50 μg/ml 的磺胺喹噁啉溶液, 供高效液相色谱测定。

4.4.5 测定

4.4.5.1 色谱条件 色谱柱:C₁₈柱, 250mm×4.6mm (i.d.), 粒径5μm, 或相当者。

流动相: 磷酸盐溶液-甲醇(75+25), 用前过0.45 μm 滤膜, 并超声脱气5min。

流速: 1ml/min。

检测波长: 265nm。

进样量: 20 μl ~ 50 μl 。

4.4.5.2 测定法 根据试样溶液中磺胺二甲嘧啶残留量情况, 进行标准曲线或单点校准。当残留量在标准曲线范围之内时, 采用标准曲线校准。当残留量超过标准曲线浓度最大点时, 选定峰面积相近的标准工作溶液进行单点校准。标准溶液液相色谱图见附录A 中图A.1。

4.4.6 空白试验 除不加试料外 采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

4.5 结果计算和表述

4.5.1 标准曲线校准 将标准曲线的浓度和对应峰面积进行回归分析, 然后按下式计算供试组织中磺胺

喹噁啉残留量:

$$X = \frac{A-b}{a}$$

式中:

X—供试组织处理液中磺胺喹噁啉残留量(mg/kg);
A—供试试料试样溶液中磺胺喹噁啉的峰面积; b—标准曲线回归方程中截距; a—标准曲线回归方程中斜率。

4.5.2 单点校准 按下式计算供试组织中磺胺喹噁啉残留量:

$$X = \frac{m_1}{m} \times D$$

式中:

X—供试组织中磺胺喹噁啉残留量(mg/kg);
m₁—供试试料试样溶液色谱峰的峰面积对应的磺胺喹噁啉的量(μg);
D—稀释倍数;
m—供试试料量(g)。

注: 计算结果需扣除空白值。

5 检测方法灵敏度、准确度、精密度的

5.1 灵敏度 本方法在鸡的肌肉、肝脏和肾脏组织中检测限为20 μg/kg。

5.2 准确度 本方法在100 μg/kg添加水平上的回收率均为80%~110%。

5.3 精密度的 本方法的批内变异系数CV 10%, 批间变异系数CV 20%。

附录A (资料性附录)

高效液相色谱图



图A.1 磺胺喹噁啉标准溶液色谱图

动物源食品中磺胺类药物残留的检测方法 ——高效液相色谱法

[文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2002)06-0012-02 [中图分类号] S859.84

农业部于2001年11月1日发布农牧发[2001]38号文,发布10种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之五:动物源食品中磺胺类药物残留的检测方法——高效液相色谱法,全文如下:

动物源食品中磺胺类药物残留的检测方法 - 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中磺胺嘧啶(SD)、磺胺间甲氧嘧啶(SMM)、磺胺地索辛(SDM)、磺胺二甲嘧啶(SM₂)、磺胺甲氧嘧啶(SMP)、磺胺甲噁唑(SMZ)、磺胺喹噁啉(SQ)单个或混合物残留检测的制样和高效液相色谱测定方法。

本标准适用于鸡肌肉和鸡肝脏中磺胺嘧啶(SD)、磺胺间甲氧嘧啶(SMM)、磺胺地索辛(SDM)、磺胺二甲嘧啶(SM₂)、磺胺甲氧嘧啶(SMP)、磺胺甲噁唑(SMZ)、磺胺喹噁啉(SQ)单个或混合物残留量检测。

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 1.1-20001 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则 (ISO/IEC Directives, Part 3, 1997, Rules for the structure and drafting of International Standards, NEQ)

GB/T 6682-1992 分析实验室用水规则和试验方法

NY/T ××××-2001 动物源食品中兽药残留检测方法标准编制规则

3 制样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻空白或供试组织,绞碎并使均匀。

3.2 样品的保存 -20 冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 试料中残留的磺胺类药物经乙腈提取,正己烷分配,再经碱性氧化铝SPE柱净化后,用反相高效液相色谱-紫外检测法在270nm处检测。

4.2 试剂和材料 以下所用的试剂除特别注明者外均为分析纯试剂;水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 磺胺类药物标准品(SD、SMM、SDM、SM₂、SMP、SMZ和SQ) 含量均不得少于99%。

4.2.2 甲醇 色谱纯。

4.2.3 乙腈 色谱纯。

4.2.4 正己烷 分析纯 经重蒸馏。

4.2.5 正丙醇 分析纯 经重蒸馏。

4.2.6 磷酸

4.2.7 无水硫酸钠

4.2.8 碱性氧化铝SPE柱

4.2.9 磺胺类药物标准液 用甲醇溶解各个磺胺药为标准原液,再用流动相稀释成浓度为0.1μg/ml~0.2μg/ml的标准工作液。

4.2.10 磷酸溶液c(H₃PO₄)0.017mol/L 取磷酸1.16ml,用水稀释至1000ml。

4.2.11 微空滤膜 0.45μm。

4.3 仪器和设备

4.3.1 高效液相色谱仪(配紫外检测器)

4.3.2 涡动混合器

4.3.3 离心机

4.3.4 分析天平 感量0.0001g。

4.3.5 旋转蒸发器

4.3.6 振荡器

4.3.7 匀浆机

4.4 测定步骤

4.4.1 试料的制备 试料的制备包括:

——取绞碎后的供试样品, 作为供试试料。

——取绞碎后的空白样品, 作为空白试料。

——取绞碎后空白样品, 添加适宜浓度的标准溶液, 作为空白添加试料。

4.4.2 提取 称取(5±0.05)g试料 置于50ml聚丙烯离心管中, 加无水硫酸钠4g 和乙腈25ml, 涡动混合15s, 中速振荡20min, 2500r/min离心5min。上清液移至分液漏斗中, 加入30ml正己烷, 振摇2min后, 静止5min, 分离乙腈层。用25ml乙腈将沉淀物重复提取1次, 乙腈层经同一份正己烷分配, 合并乙腈层于100ml鸡心瓶中, 加入正丙醇5ml, 50℃减压浓缩至近干。

4.4.3 净化 用3ml乙腈-水(95+5)溶解残留物过碱性氧化铝SPE柱, 不收集, 用乙腈-水(95+5)5ml洗涤鸡心瓶, 并过SPE柱, 吹去柱内滞留的液体。用5ml乙腈-水(75+25)洗脱待测物至10ml容量瓶中, 用0.017mol/L磷酸定容至10ml, 用0.45μm微孔滤膜过滤, 收集滤液作为试样溶液, 供高效液相色谱测定。

4.4.4 测定

4.4.4.1 色谱条件 色谱柱:C₁₈柱 250×4.6mm(i.d.), 粒径5μm, 或相当者; 流动相:0.017mol/L磷酸-乙腈(80+20); 流速:1ml/min; 检测波长:270nm; 进样量:50μl。

4.4.4.2 测定法 取适量试样溶液和相应浓度的标准工作液, 作单点或多点校准, 以色谱峰面积积分值定量。标准工作液及试样液中磺胺类药物的响应值均应在仪器检测的线性范围之内, 试样液测定过程中应参插注入标准工作液, 以便准确定量。标准品液相色谱图见附录A中图A.1。

4.4.5 空白试验 除不加试料外 采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

4.5 结果计算和表述 按下式计算供试组织中磺胺类药物的残留量:

$$X = \frac{CV}{M}$$

式中:

X- 供试组织中磺胺类药物的残留量(mg/kg);

C- 供试试料试样溶液中对应的磺胺类药物的浓度(μg/ml);

V- 供试试料试样溶液总体积(ml);

M- 供试试料量(g)。

注: 计算结果需扣除空白值, 测定结果用平行测定的算术平均值表示, 保留至小数点后2位。

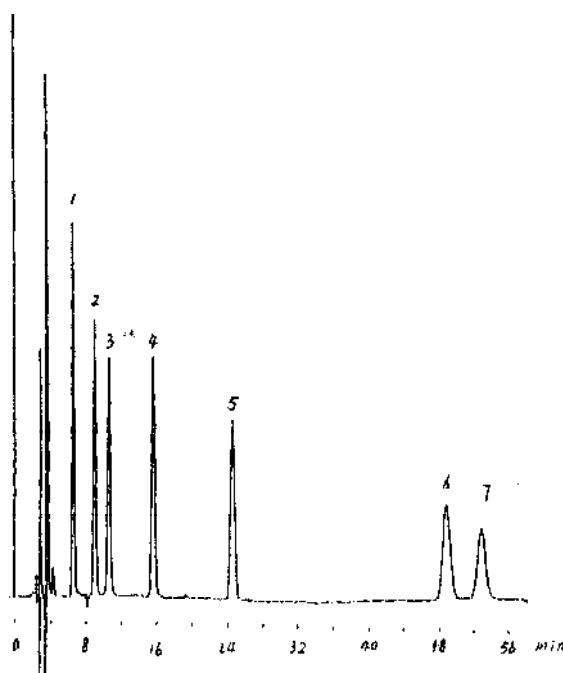
5 检测方法灵敏度、准确度、精密度

5.1 灵敏度 本方法在鸡肌肉和肝脏组织中的检测限为10μg/kg~20μg/kg。

5.2 准确度 本方法在20μg/kg添加浓度水平上的回收率范围为80%~110%。

5.3 精密度 本方法的批内变异系数CV 10% 批间变异系数CV 15.0%。

附录 A (资料性附录) 高效液相色谱图



色谱峰:

1-磺胺嘧啶(SD); 2-磺胺二甲嘧啶(SM₂); 3-磺胺甲氧嘧(SMP);

4-磺胺间甲氧嘧(SMM); 5-磺胺甲噁唑(SMZ); 6-磺胺地索辛(SDM); 7-磺胺喹噁啉(SQ)。

图A.1 磺胺类药物标准溶液色谱图

兽药审评委员会化学药品、抗生素分会初审会议在京召开

农业部兽药审评委员会于2002年5月15~16日在京召开化学药品、抗生素初审会, 初审4个新兽药原料及其制剂和2个申请注册产品, 复审2个申请注册制剂。

动物源食品中氯羟吡啶残留检测方法

——高效液相色谱法

[文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2002)07-0013-02 [中图分类号] S859.84

农业部于2001年11月1日发布农牧发[2001]38号文,发布10种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之六:动物源食品中氯羟吡啶残留检测方法——高效液相色谱法,全文如下:

动物源食品中氯羟吡啶残留检测方法 - 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了动物性食品中氯羟吡啶残留量检验的制样和高效液相色谱测定方法。

本标准适用于鸡的肌肉和肝脏中氯羟吡啶残留量检测。

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 1.1-20001 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则(ISO/IEC Directives, Part 3, 1997, Rules for the structure and drafting of International Standards, NEQ)

GB/T 6682-1992 分析实验室用水规则和试验方法

NY/T ××××-2001 动物性食品中兽药残留检测方法标准编制规则

3 制样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻的空白或供试组织,绞碎并使均匀。

3.2 样品的保存 -20℃冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 试样中残留的氯羟吡啶经乙腈提取,用碱性氧化铝柱和葡聚糖凝胶阴离子交换柱净化分离,洗脱液浓缩后用含内标物的甲醇溶解。

所得溶液用配有紫外检测器的高效液相色谱仪测定,内标法定量。

4.2 试剂和材料 以下所用的试剂除特别注明者外均为分析纯试剂;水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 氯羟吡啶标准品 含氯羟吡啶($C_7H_7ClN_2O$)不得少于98%。

4.2.2 苯甲酰胺 内标物

4.2.3 甲醇 色谱纯

4.2.4 乙腈 色谱纯

4.2.5 磷酸二氢钾

4.2.6 磷酸氢二钠

4.2.7 醋酸钠

4.2.8 冰醋酸

4.2.9 氧化铝 200~300目 层析用。

4.2.10 葡聚糖凝胶 A_{60}

4.2.11 碱性氧化铝SPE柱 (制备:取适量氧化铝粉末置高温炉中,300~400℃烘烤3h,冷却后准确称取100.0g,加水5.0mL,搅拌使均匀,振摇3h,加甲醇适量,充入下装G1砂芯板的300mm×8mm玻璃柱中,填充至13cm高度,用2倍柱体积甲醇淋洗,备用。)

4.2.12 葡聚糖凝胶阴离子交换柱 (制备:准确称取葡聚糖凝胶粉末10.0g,置10%醋酸钠溶液中振摇2h, G_3 级过滤,用50.0mL 10%醋酸钠溶液分洗数次,用水冲洗至洗出液呈硝酸银阴性反应,再用2倍体积的水、甲醇、0.25%醋酸甲醇、甲醇冲洗,保存于甲醇中,充入下装G1砂芯板的300mm×10mm玻璃

柱中, 填充至 10cm 高度, 用适量甲醇淋洗, 备用。)

4.2.13 苯甲酰胺内标溶液 准确称取苯甲酰胺 25mg, 加甲醇溶解并稀释至 1000mL, 使成浓度为 25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的内标溶液。置 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存。

4.2.14 氯羟吡啶标准溶液 准确称取氯羟吡啶 25mg, 加内标溶液溶解并稀释至 250mL, 使成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备液, 置 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存。临用前, 取此储备液, 用内标溶液稀释成浓度为 5~50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液。

4.2.15 磷酸盐缓冲溶液(pH7.0) 准确称取磷酸氢二钠(Na_2HPO_4) 2.09g, 磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 1.40g, 加水溶解并稀释至 500mL, 调节 pH 至 7.0。

4.3 仪器和设备

4.3.1 高效液相色谱仪(配紫外检测器)

4.3.2 涡动混合器

4.3.3 离心机

4.3.4 分析天平 感量 0.0001g

4.3.5 旋转蒸发器

4.3.6 振荡器

4.3.7 组织匀浆机

4.4 测定步骤

4.4.1 试料的制备 试料的制备包括:

——取绞碎后的供试样品, 作为供试试料。

——取绞碎后的空白样品, 作为空白试料。

——取绞碎后空白样品, 添加适宜浓度的标准溶液, 作为空白添加试料。

4.4.2 提取 准确称取(5 ± 0.05)g 试料, 置于 50mL 聚丙烯离心管中, 加入 25mL 乙腈, 旋涡振荡 5min, 然后以 3000 r/min 离心 5min 后, 分离上清液备用。

4.4.3 净化 将碱性氧化铝柱分别用 10mL 甲醇和乙腈依次润洗, 加入提取的上清液, 用 15mL 甲醇洗脱, 并收集此甲醇洗脱液。再将此洗脱液过葡聚糖凝胶阴离子交换柱, 流干后, 用 20mL 1% 醋酸-甲醇液洗脱, 洗脱液收集于 25mL 鸡心瓶中, 于 40 $^{\circ}\text{C}$ 下旋转蒸发至近干, 残余物用 1mL 内标液溶解后, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 收集滤液作为试样溶液, 供高效液相色谱测定。

4.4.4 测定

4.4.4.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱: 反相 C_{18} 柱: 250 mm \times 4.6mm, 粒径 5 μm , 或相当者。

流动相: 磷酸盐缓冲溶液(pH7.0)-乙腈(85+15)。

流速: 1.2mL/min。

检测波长: 270nm。

进样量: 10 μL 。

分离度试验结果: 氯羟吡啶与内标物的分离度应 ≥ 0.9 。

4.4.4.2 测定法 取适量试样溶液和相应浓度的标准工作液, 作单点或多点校准, 以色谱峰面积积分值定量。标准工作液及试样液中氯羟吡啶的响应值均应在仪器检测的线性范围之内。标准品液相色谱图见附录 A 中图 A.1。

4.4.5 空白试验 除不加试料外, 采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

4.5 结果计算和表述 按下式计算供试组织中氯羟吡啶的残留量:

$$X = \frac{A C_s}{A_s C}$$

式中:

X——供试组织中氯羟吡啶的残留量(mg/kg);

A——供试试料试样溶液中氯羟吡啶色谱峰的峰面积;

A_s ——标准工作液中氯羟吡啶的峰面积;

C_s ——标准工作液中氯羟吡啶的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$);

C——最终试样溶液的浓度(g/mL)。

注: 计算结果需扣除空白值, 测定结果用平行测定的算术平均值表示, 保留至小数点后 2 位。

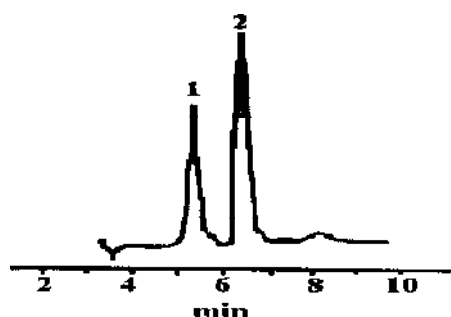
5 检测方法灵敏度、准确度、精密度

5.1 灵敏度 本方法在鸡肌肉和肝脏组织中的检测限为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

5.2 准确度 本方法在 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平上的回收率范围为 80%~110%。

5.3 精密度 本方法的批内变异系数 CV 10% 批间变异系数 CV 15.0%。

附录 A(资料性附录) 高效液相色谱图



色谱峰: 1-氯羟吡啶; 2-内标物

图A.1 氯羟吡啶标准溶液色谱图

动物源食品中莫能菌素和盐霉素残留检测方法 ——高效液相色谱法

[文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2002)-08-0009-02 [中图分类号] S859.84

农业部于2001年11月1日发布38号文,发布10种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之七:动物源食品中莫能菌素和盐霉素残留检测方法——高效液相色谱法,全文如下。

动物源食品中莫能菌素和盐霉素残留检测方法——高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中莫能菌素和盐霉素残留量检测的制样和高效液相色谱测定方法。

本标准适用于鸡的肌肉、脂肪、肝脏和肾脏中莫能菌素和盐霉素的残留量检测。

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 1.1-20001 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则 (ISO/IEC Directives, Part 3, 1997, Rules for the structure and drafting of International Standards, NEQ)

GB/T 6682-1992 分析实验室用水规则和试验方法
NY/T xxxx-2001 动物源食品中兽药残留检测方法标准编制规则

3 制样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻的空白或供试组织,绞碎使均匀。

3.2 样品的保存 -20℃ 冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 试样中残留的莫能菌素和盐霉素用异辛烷提取,用硅胶柱净化,二氯甲烷-甲醇洗脱,洗脱液浓缩后用甲醇-水溶解。以甲醇-冰乙酸-水作为流动相,香草醛为衍生剂,用高效液相色谱-柱后衍生化-紫外检测法测定。

4.2 试剂和材料 除特殊注明外,本法所用试剂均为分析纯;水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 莫能菌素 含莫能菌素($C_{36}H_{62}O_{11}$)不得少于90.0%。

4.2.2 盐霉素 含盐霉素($C_{42}H_{70}O_{11}$)不得少于98.0%。

4.2.3 硅胶 100-200目

4.2.4 冰乙酸 优级纯

4.2.5 香草醛

4.2.6 甲醇 色谱纯

4.2.7 异辛烷

4.2.8 无水硫酸钠

4.2.9 浓硫酸

4.2.10 二氯甲烷

4.2.11 莫能菌素和盐霉素标准溶液 准确称取莫能菌素和盐霉素标准品(50 ± 0.1) mg,加甲醇溶解并稀释成浓度为1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的储备液,置4℃ 冰箱中保存。临用前,取此储备液用甲醇稀释成适宜浓度后,再用甲醇-水(9+1)稀释成浓度为0.1~3.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液。

4.2.12 香草醛衍生液 量取5 mL浓硫酸,缓慢加入到250 mL甲醇中,置冰水浴中缓缓加入20 g香草醛,混匀,脱气5 min后避光保存,临用现配。

4.3 仪器和设备

4.3.1 高效液相色谱仪(配柱后衍生化装置和紫外检测器)

4.3.2 玻璃具活层析柱 150 mm×10 mm(i.d.)

4.3.3 硅胶柱(制备:取适量硅胶于105℃ 烘烤2 h,然后称取100 g,加水5 mL搅拌均匀,振摇30 min,装入干燥容器中保存,备用。称取上述硅胶0.5 g,装入玻

璃具活塞层析柱中,轻轻敲匀,上部装入的0.5 g无水硫酸钠,轻轻敲匀,待用。)

4.3.4 离心机

4.3.5 分析天平 感量0.0001 g

4.3.6 旋转蒸发器

4.3.7 振荡器

4.3.8 组织匀浆机

4.3.9 微孔滤膜 0.45 μm

4.4 测定步骤

4.4.1 试料的制备 试料的制备包括:

- 取绞碎后的供试样品,作为供试试料;
- 取绞碎后的空白样品,作为空白试料;
- 取绞碎后的空白样品,添加适宜浓度的标准溶液,作为空白添加试料。

4.4.2 提取 称取(5±0.05) g试料,置于30 mL匀浆杯中,加入10 mL水,匀浆。浆液转入50 mL离心管中。用10 mL异辛烷洗刀头,并转入匀浆杯中洗匀浆杯,再转入50 mL离心管中,充分搅匀,振荡混合3 min, 3000 r/min离心5 min,取上清液于另一50 mL离心管中。残余物中加入10 mL异辛烷,按提取过程再重复提取两次,合并三次提取液。

4.4.3 净化 用5 mL异辛烷预洗硅胶柱,不使流干。加入样品提取液,控制适宜流速。用10 mL二氯甲烷洗涤杂质,用6 mL二氯甲烷-甲醇(9+1)洗脱,洗脱液收集于15 mL玻璃鸡心瓶中。于40℃旋转蒸发近干,用甲醇-水(9+1) 1.0~2.0 mL溶解,用0.45 μm微孔滤膜过滤,收集滤液作为试样溶液,供高效液相色谱测定。

4.4.4 测定

4.4.4.1 色谱条件

- 色谱柱:C₁₈柱 250 mm×4.6 mm (i.d.) 粒径5 μm,或相当者;
- 流动相:甲醇-冰乙酸-水(94+3+3);
- 流动相流速:0.7 mL/min;
- 衍生液流速:0.7 mL/min;
- 反应管:不锈钢10 m×0.2 mm(i.d.);
- 反应温度:95℃;
- 检测波长:520 nm;
- 进样量:100 μL。

4.4.4.2 测定法 取适量试样溶液和相应浓度的标准工作溶液,作单点或多点校准,以色谱峰面积积分值定量。标准工作液及试样液中莫能菌素和盐霉素

的响应值均应在仪器检测的线性范围之内。在上述色谱条件下,莫能菌素和盐霉素的保留时间分别在8 min和9 min左右,标准溶液液相色谱图见附录A中图A.1。

4.4.5 空白试验 除不加试料外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

4.5 结果计算和表述 按下式计算供试组织中莫能菌素或盐霉素的残留量:

$$X = \frac{C V}{M}$$

式中:

X——供试组织中莫能菌素或盐霉素的残留量(mg/kg);

C——供试试料试样溶液中对应的莫能菌素或盐霉素的浓度(μg/mL);

V——试料浓缩近干后,溶解残余物的总体积(mL);

M——供试试料量(g)。

注:计算结果需扣除空白值,测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后2位。

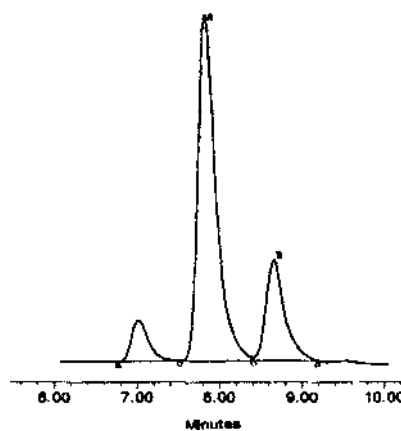
5 检测方法灵敏度、准确度、精密度

5.1 灵敏度 本方法在鸡的肌肉、脂肪、肝脏和肾脏组织中的检测限为:莫能菌素50 μg/kg,盐霉素100 μg/kg。

5.2 准确度 本方法在100 μg/kg添加浓度水平上的回收率范围均为80%~110%。

5.3 精密度 本方法的批内变异系数CV 10%,批间变异系数CV 15%。

附录A (资料性附录) 高效液相色谱图



色谱峰:A-莫能菌素; B-盐霉素

图A.1 莫能菌素及盐霉素标准溶液液相色谱图

动物源食品中乙氧酰胺苯甲酯残留检测方法 ——高效液相色谱法

[文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2002)10-0007-02 [中图分类号] S859.84

农业部于2001年11月1日发布农牧发[2001]38号文,发布10种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之八:动物源食品中乙氧酰胺苯甲酯残留检测方法——高效液相色谱法。

动物源食品中乙氧酰胺苯甲酯残留检测方法——高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中乙氧酰胺苯甲酯残留检测的制样和高效液相色谱测定方法。

本标准适用于鸡的肌肉、脂肪、肝脏和肾脏组织中乙氧酰胺苯甲酯残留量检测。

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,鼓励本标准达成协议的各方研究是否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 1.1-20001 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则 (ISO/IEC Directives, Part 3, 1997, Rules for the structure and drafting of International Standards, NEQ)

GB/T 6682-1992 分析实验室用水规则和试验方法

NY/T XXXX-2001 动物源食品中兽药残留检测方法标准编制规则

3 制样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻空白或供试组织,绞碎使均匀。

3.2 样品的保存 -20 冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 试样中残留的乙氧酰胺苯甲酯用乙腈提取,加正己烷脱去脂肪,提取液用无水硫酸钠脱水,浓缩后用正己烷-丙酮溶解残余物,离心,取上清液过硅镁柱,用甲醇洗脱。收集洗脱液作为试样溶液供高效液相色谱测定,外标法定量。

4.2 试剂和材料 以下所用的试剂,除特别注明者外均为分析纯试剂;水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 乙氧酰胺苯甲酯标准品 含乙氧酰胺苯甲酯($C_{12}H_{15}NO_4$)不得少于100%。

4.2.2 乙腈 色谱纯

4.2.3 乙腈

4.2.4 正己烷

4.2.5 丙酮

4.2.6 异丙醇

4.2.7 甲醇 优级纯

4.2.8 乙氧酰胺苯甲酯标准溶液 准确称取乙氧酰胺苯甲酯标准品(10.0 ± 0.1) mg,甲醇溶解并稀释成100 $\mu\text{g/mL}$ 的储备液,置4 冰箱中保存。有效期为1周。临用前,取此储备液用甲醇稀释储备液成浓度为5.0、2.5、1.0、0.5、0.25、0.10、0.05 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。

4.3 仪器和设备

4.3.1 高效液相色谱仪(配紫外检测器)

4.3.2 分析天平 感量0.0001 g

4.3.3 匀浆机

4.3.4 离心机

4.3.5 旋转蒸发器

4.3.6 振荡器

4.3.7 电热恒温水浴锅

4.3.8 硅镁小柱 100 mg/mL Florisil或相当者。

4.3.9 微量进样器 25 μL

4.4 测定步骤

4.4.1 试料的制备

试料的制备包括：

——取绞碎后的供试样品，作为供试试料。

——取绞碎后的空白样品，作为空白试料。

——取绞碎后的空白样品，添加适宜浓度的标准溶液，作为空白添加试料。

4.4.2 提取 称取(5±0.05) g试料 置于50 mL玻璃离心管中,加入15 mL乙腈,10 mL正己烷,匀浆。4 000 r/min离心10 min。用滴管吸取乙腈液层放入三角瓶中留用。向剩余沉淀物中加入10 mL乙腈,匀浆。4 000 r/min离心10 min,用滴管吸取乙腈液留用,合并。加10 g无水硫酸钠,混合10 min,静置30 min,用定性滤纸过滤,收集滤液留用。将滤液转移至50 mL梨形烧瓶中,用10 mL异丙醇洗滤纸,于40℃下真空(旋转)蒸发至近干。

4.4.3 净化 加5 mL正己烷-丙酮(9:1)溶解残余物,超声30 s,放置30 min以上,然后转移至10 mL离心管。4 000 r/min离心5 min,用滴管吸取上清液留用。取1 mL上清液过硅镁小柱,用3 mL正己烷洗柱,最后用1 mL甲醇洗脱,收集洗脱液作为试样溶液,供高效液相色谱测定。

4.4.4 测定

4.4.4.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱:C₁₈柱 250 mm×4.6 mm(i.d.) 粒径5 μm,或相当者;

流动相:色谱纯乙腈-水(3:7);

流速:1.0 mL/min;

检测波长:270 nm;

进样量:10 μL。

4.4.4.2 测定法 取适量试样溶液和相应浓度的标准工作溶液,作单点或多点校准,以色谱峰面积积分值定量。标准工作溶液和试样溶液中乙氧酰胺苯甲酯的响应值均应在仪器检测线性范围内。在上述色谱条件下,乙氧酰胺苯甲酯保留时间在7.5 min附近。标准溶液液相色谱图见附录A中图A.1。

4.4.5 空白试验 除不加试料外 采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

4.4.6 结果计算和表述 按下式计算供试组织中乙氧酰胺苯甲酯的残留量:

$$X = \frac{AC_s}{A_s W} V$$

式中:

X—供试组织中乙氧酰胺苯甲酯残留量(mg/kg);

A—供试试样溶液中乙氧酰胺苯甲酯的峰面积;

A_s—标准工作液中乙氧酰胺苯甲酯的峰面积;

C_s—标准工作液中乙氧酰胺苯甲酯的浓度(μg/mL);

W—供试组织样品重量(g);

V—供试试样提取液浓缩近干后残余物溶解的总体积(mL)。

注:计算结果需扣除空白值。

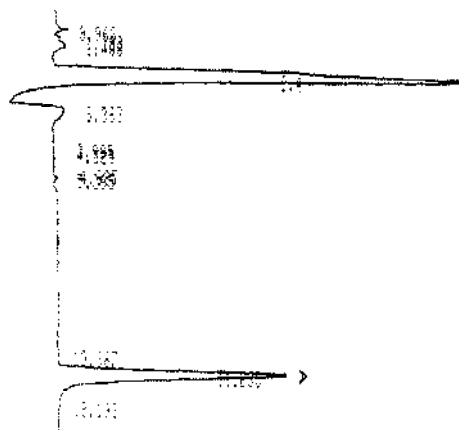
5 检测方法灵敏度、准确度、精密度

5.1 灵敏度 本方法在鸡的肌肉和脂肪组织中的检测限为100 μg/kg,在肝脏和肾脏组织中的检测限为250 μg/kg。

5.2 准确度 本方法在250 μg/kg添加浓度水平上的回收率均为80%~110%。

5.3 精密度 本方法的批内变异系数CV 10%,批间变异系数CV 15%。

附录A(资料性附录) 高效液相色谱图



色谱峰:A—乙氧酰胺苯甲酯

图A.1 乙氧酰胺苯甲酯标准溶液液相色谱图

(上接6页) 对刊登违法兽药广告的兽药企业和媒体单位,应依据法律进行严肃处理,并根据情节的轻重进行处罚。一是发现违法广告要及时通知刊登该违法广告的单位,要求停止刊登该违法广告,并进行自纠;二是要在重点媒体和中国兽药信息网上公

布刊登违法广告的单位,进行公开批评;三是向工商管理部门下达“违法兽药广告通知书”,由工商部门对其进行处罚。四是对擅自篡改已经批准的广告样稿的单位,除撤消该厂产品的广告批准文号外,还要在重点媒体和中国兽药信息网上通报。

动物源食品中新霉素残留检测方法 ——微生物学检测法

[文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2002)11-0011-02 [中图分类号] S859.84

农业部于2001年11月1日发布农牧发[2001]38号文,发布10种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之九:动物源食品中新霉素残留检测方法——微生物学检测法。

动物源食品中新霉素残留检测方法——微生物学检测法

1 范围

本标准规定了动物源食品中新霉素残留量检测的制样和微生物学测定方法。

本标准适用于鸡的肌肉、脂肪、肝脏和肾脏中新霉素的残留量检测。

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 1.1-20001 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则 (ISO/IEC Directives, Part 3, 1997, Rules for the structure and drafting of International Standards, NEQ)。

GB/T 6682-1992 分析实验室用水规则和试验方法。

NY/T ××××-2001 动物源食品中兽药残留检测方法标准编制规则。

3 制样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻的空白或供试组织,绞碎并使其均匀。

3.2 样品的保存 -20℃冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 试样中残留的新霉素经磷酸盐缓冲溶液(pH=8.0)提取,加热、离心后除去蛋白质,用以表皮葡萄球菌为测试菌的微生物学琼脂扩散法测定,用标准曲线法计算供试组织中

新霉素残留量。

4.2 试剂和材料 以下所用的试剂除特别注明者外均为分析纯试剂;水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 新霉素标准品

4.2.2 磷酸氢二钾

4.2.3 磷酸二氢钾

4.2.4 氢氧化钠

4.2.5 蛋白胨 生化试剂

4.2.6 琼脂 生化试剂

4.2.7 酵母粉 生化试剂

4.2.8 牛肉膏 生化试剂

4.2.9 葡萄糖

4.2.10 氯化钠

4.2.11 灭菌磷酸盐缓冲溶液(0.1 mol/L, pH 8.0) 准确称取16.73 g无水磷酸氢二钾(K_2HPO_4)和0.523 g无水磷酸二氢钾(KH_2PO_4),加水溶解并稀释至1000 mL。121℃灭菌20 min,备用。

4.2.12 新霉素标准溶液 准确称取适量(不低于20 mg)新霉素标准品,加灭菌磷酸盐缓冲溶液(0.1 mol/L, pH 8.0)溶解,并稀释成浓度为100 μ g/mL的标准储备液,真空抽滤后,置4℃冰箱中保存,有效期4周。

4.3 仪器和设备

4.3.1 平底双碟 直径约90 mm,高16~17 mm。

4.3.2 牛津杯 不锈钢,高10.0 mm,外径8.0 mm,内径6.0 mm。

4.3.3 游标卡尺 精确度0.02 mm。

4.3.4 旋涡混合器

4.3.5 真空泵

4.3.6 离心机

4.3.7 分光光度计

4.3.8 恒温电热水浴箱

4.3.9 分析天平 感量0.0001g

4.3.10 电热恒温培养箱

4.4 测定步骤

4.4.1 菌悬液的制备 将表皮葡萄球菌26069型(*Staphylococcus epidermidis* ATCC12228)在新鲜培养基I上连续传代三次后,用适量0.85% NaCl灭菌溶液冲洗斜面培养物并稀释成菌悬液。在560 nm波长下,菌悬液的光透过率控制在80%左右。菌悬液应新鲜制备。

4.4.2 双碟的制备

4.4.2.1 底层 加10 mL融化的培养基I于培养双碟中,均匀铺平,在平面上待其凝固。

4.4.2.2 菌层 在适量预先融化并维持在48℃的培养基II中加入适量(0.2~0.5 mL)新制备的菌悬液。充分混匀后,在每个含有底层的培养双碟中加入4.0 mL。将培养双碟两边倾斜并作圆周旋转运动使培养基均匀分散铺平,并待其凝固。在使用的当天制备双碟。用标准品参照浓度工作液所得的抑菌圈直径应为(18±2.4) mm。

4.4.3 试料的制备 试料的制备包括:

——取绞碎后的供试样品,作为供试试料。

——取绞碎后的空白样品,作为空白试料。

——取绞碎后的空白样品,添加适宜浓度的标准溶液,置旋涡混合器上1 min,使其混合均匀,于0~4℃放置30 min,作为空白添加试料。

4.4.4 标准曲线的制备 用0.1 mol/L磷酸盐缓冲溶液(pH 8.0)稀释新霉素标准品储备液成浓度为2.4、1.2、0.6、0.3、0.15 μg/mL的系列标准工作液,以0.6 μg/mL的标准溶液为标准品参照浓度工作液,按微生物琼脂扩散法测定各浓度的抑菌圈直径,在坐标纸上绘图,以各浓度的对数值为纵坐标,平均抑菌圈直径的校正值为横坐标绘制标准曲线。

4.4.5 提取 称取(5±0.05) g试料,置50 mL塑料离心管中,加入10 mL 0.1 mol/L磷酸盐缓冲溶液(pH 8.0),置旋涡混合器上混合1 min,0~4℃静置30 min,放入100℃水浴加热5 min,取出冷却5 000 r/min离心15 min,取上清液用1 mol/L

NaOH溶液调节至pH 8.0后作为试样溶液,供微生物学测定。

4.4.6 测定 每个双碟间隔3个牛津杯滴加标准品参照浓度工作液,另3个牛津杯滴加试样溶液,每一样品重复3个双碟,32~35℃培养18~20 h,量取抑菌圈直径,由标准曲线求取药物含量。

4.4.7 空白试验 除不加试料外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

4.5 结果计算和表述 按下式计算供试组织中新霉素残留量:

$$X = \frac{C V}{M}$$

式中:

X——供试组织中新霉素残留量(mg/kg);

C——供试试料试样溶液中新霉素浓度(μg/mL);

V——供试试料试样溶液总体积(mL);

M——供试试料量(g)。

注:计算结果需扣除空白值,测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后2位。

5 检测方法灵敏度、准确度、精密度的

5.1 灵敏度 本方法在鸡肌肉、脂肪、肝脏和肾脏中的检测限均为500 μg/kg。

5.2 准确度 本方法在500 μg/kg添加浓度水平上的回收率均为80%~110%。

5.3 精密度 本方法的批内变异系数CV 15%,批间变异系数CV 25%。

附录A(规范性附录)培养基的制备

培养基I:传代保存用培养基

蛋白胨 10.0 g,酵母浸出粉 3.0 g,牛肉浸膏 1.5 g,无水葡萄糖 1.0 g,琼脂 15.0 g,蒸馏水 1 000 mL,用1.0 mol/L NaOH溶液调节pH值,使其灭菌后pH为6.5~6.6。分装于试管内,用121℃高压灭菌20 min后制成斜面。

培养基II: 检定培养基

蛋白胨 10.0 g,酵母浸出粉 3.0 g,牛肉浸膏 1.5 g,无水葡萄糖 1.0 g,琼脂 15.0 g,蒸馏水 1 000 mL;用1.0 mol/L NaOH溶液调节pH值,使其灭菌后pH为7.9~8.0。分装于锥形瓶内,用121℃高压灭菌20 min。

猪尿中克伦特罗检测方法——酶联免疫吸附测定法

[文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2002)12-0012-02 [中图分类号] S859.84

农业部于2001年11月1日发布农牧发[2001]38号文,发布10种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之十:猪尿中克伦特罗检测方法——酶联免疫吸附测定法。全文如下:

猪尿中克伦特罗检测方法——酶联免疫吸附测定法

1 范围

本标准规定了猪尿中克伦特罗检验的制样和酶联免疫吸附测定方法。

本标准适用于猪尿中克伦特罗的残留常规快速筛选检测。

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 1.1-20001 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则 (ISO/IEC Directives, Part 3, 1997, Rules for the structure and drafting of International Standards, NEQ)

GB/T 6682-1992 分析实验室用水规则和试验方法

3 制 样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻空白或供试尿液,2 000 g离心10 min,取上清液留用。

3.2 样品的保存 -20 冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 测定的基础为抗原抗体反应。酶联板包被有克伦特罗特异性抗体的抗体,加入抗克伦特罗的特异性抗体,两者结合被固定。标样或试样中克伦特罗与酶(辣根过氧化物酶)标记抗原竞争抗克伦特罗的特异性抗体。通过洗涤以除去没有与抗克伦特罗的特异性抗体结合的酶标记抗原,加入底物和发色剂,结合到酶联板上的酶标记物将无

色的发色剂转化为蓝色的产物。加酸终止反应后,颜色由蓝色转变为黄色。在450 nm处测定吸光度值,吸光度值与样品中的克伦特罗浓度成反比。

4.2 试剂和材料 除特殊注明外 本法所用试剂均由试剂盒厂商提供,水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 克伦特罗系列标准溶液

4.2.2 酶标板

4.2.3 抗克伦特罗的特异性抗体

4.2.4 酶标记抗原

4.2.5 发色剂

4.2.6 缓冲溶液

4.2.7 底物缓冲溶液

4.2.8 终止溶液

4.3 仪器和设备

4.3.1 酶标读数仪(配备450 nm滤光片)

4.3.2 离心机

4.3.3 微型振荡器

4.3.4 微量移液器 单道20 μL,50 μL,100 μL。多道50 μL~250 μL。

4.4 测定步骤

4.4.1 试料的制备 试料的制备包括:

——取解冻后的供试样品,2 000 g离心10 min,取上清液作为供试试料。

——取解冻后的空白样品,2 000 g离心10 min,取上清液作为空白试料。

——取解冻后的空白样品,2 000 g离心10 min,取上清液,添加适宜浓度的标准溶液作为空白添加试料。

4.4.2 测定 使用前将试剂盒室温(19~25)放置

1~2 h。按每个标准溶液和试料做 2 个或 2 个以上重复测定计算所需酶联板条的数量,插入框架。向微孔中加入 100 μL 用缓冲液稀释的抗体,用封口膜封好,室温孵育 15 min。倒出孔内液体,将酶联板倒置在吸水纸上拍打,使孔内没有残余液体,加水于酶联板的微孔内,倒出孔内液体,再将酶联板倒置在吸水纸上拍打,重复操作两次。精密吸取 20 μL 标准溶液或试料至微孔中,并在每孔内加入 100 μL 用缓冲液稀释的酶结合物,在微型震荡器上混匀,用封口膜封好,室温孵育 30 min。倒出孔内液体,将酶联板倒置在吸水纸上拍打,使孔内没有残余液体,加水到酶联板的微孔内,倒出孔内液体,再将酶联板倒置在吸水纸上拍打,重复操作两次。每孔加 50 μL 底物缓冲液和 50 μL 发色剂,在微型振荡器上充分混匀(也可先将底物和发色剂混匀,每孔加 100 μL),室温避光孵育 15 min。每孔加 100 μL 终止液,混匀。于 450 nm 处测定吸光度值,60 min 内完成读数。

4.4.3 结果判定和表述 按下式计算百分吸光度值:

$$\text{百分吸光度值} = \frac{B}{B_0} \times 100\%$$

式中:

B —— 标准溶液或供试样品的平均吸光度值;

B_0 —— 零浓度的标准溶液平均吸光度值。

以 X 轴为标准溶液中克伦特罗浓度 (ng/L) 的自然对数, Y 轴为百分吸光度值,在半对数坐标纸上绘制标准曲线图。从标准曲线上查出供试样品中克伦特罗的浓度 (ng/L)。也可以用专业计算机软件求出供试样品中克伦特罗的浓度。

注:检测结果小于 1.0 $\mu\text{g/L}$ 时可判为未检出,大于 1.0 $\mu\text{g/L}$ 时判为可疑,需用确证法确证。

5 检测方法灵敏度、准确度、精密度

5.1 灵敏度 本方法在猪尿中的检测限为 1.0 $\mu\text{g/L}$ 。

5.2 准确度 本方法在 1.0 $\mu\text{g/L}$ 添加浓度水平上的回收率为 60% ~ 120%。

5.3 精密度 本方法的批内变异系数 CV 30%,批间变异系数 CV 45%。

中华人民共和国农业部与国家药品监督管理局 联合发布杜绝禁用兽药滥用的公告

[文献标识码] E [文章编号] 1002-1280(2002)12-0013-01 [中图分类号] S851.66

针对目前有些地区仍存在违规使用禁用兽药的现象,为杜绝禁用兽药的滥用,维护国家法律尊严,中华人民共和国农业部与国家药品监督管理局联合发布第 227 号公告。公告指出,为保证动物性产品质量安全,维护人民身体健康,根据《兽药管理条例》规定,今年 4 月农业部发布了《食品动物禁用的兽药及其它化合物清单》(农业部第 193 号公告,以下简称《禁用清单》),禁止氯霉素等 29 种兽药用于食品动物,限制 8 种兽药作为动物促生长剂使用,并废止了禁用兽药质量标准,注销了禁用兽药产品批准文号,对兽药生产、经营、使用单位的库存禁用兽药一律做销毁处理,从养殖生产用药环节对动物产品质量安全实施监控。公告要求:

一、各兽药生产、经营、使用单位不得从任何渠道购进《禁用清单》所列品种的原料药品和各类制剂产品,不得以偿还债务、以货抵款的方式或其它借口从任何途径将禁用兽药及同品种人用药品转移到本单位,凡在检查现场发现禁用兽药或同品种人用药品的,严格按照《兽药管理条例》等有关规定进行查处,性质严重的,吊销其《兽药生产许可证》、《兽药经营许可证》;对性质恶劣、造成严重后果的,要依法追究其刑事责任。

二、各药品生产、经营单位不得将《禁用清单》所列产品的同品种原料药品及其制剂产品销售给兽药生产、经营单位和动物养殖场、兽医医疗机构等兽药使用单位,违者按照《药品管理法》及《药品流通监督管理办法》的规定进行查处。

三、各级兽药行政管理部门和药品监督管理部门要积极配合、齐抓共管,对跨行业、跨区域的重大违规案件和涉案人员要采取联合办案的工作方式,一查到底,严厉处罚;要互通信息,及时协调,不断深化禁用兽药查处工作,使动物性产品质量安全状况得到明显改善。 All rights reserved. <http://www.cnki.net>