



中华人民共和国国家标准

GB/T 22980—2008

牛奶和奶粉中氟胺烟酸残留量的测定 液相色谱-紫外检测法

Determination of flunixin residue in bovine milk and milk powder—
LC-UV method

2008-12-31 发布

2009-05-01 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国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：宋文斌、李军、李一尘、赵景红、于一茫、李百舸、于杰、李叶、庞国芳。

牛奶和奶粉中氟胺烟酸残留量的测定

液相色谱-紫外检测法

1 范围

本标准规定了原料乳和纯奶粉中氟胺烟酸(flunixin)残留量的液相色谱-紫外检测方法。

本标准适用于原料乳和纯奶粉中氟胺烟酸残留量的测定。

本标准的方法检出限:原料乳为 5.0 $\mu\text{g/L}$,纯奶粉为 40 $\mu\text{g/kg}$ 。

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。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

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 原理

样品在酸性条件下酶解用乙腈提取后,经正己烷和固相萃取柱净化,通过配置紫外检测器的高效液相色谱进行分析测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲酸。

4.2 冰乙酸。

4.3 β -葡萄糖苷酸酶(β -glucuronidase) 15 000 U/mL; β -葡萄糖苷酸酶(600 000 U/g),准确称取 0.050 0 g β -葡萄糖苷酸酶,加 2 mL 的磷酸盐(PBS)缓冲溶液溶解,用 0.45 μm 尼龙滤膜过滤。使用前现配制。

4.4 葡萄糖。

4.5 浓盐酸。

4.6 流动相 A:乙酸铵 0.05 mol/L, pH5.0(准确称取 3.90 g 乙酸铵,加水溶解并用甲酸调整至 pH5.0,转移至 1 000 mL 容量瓶中,使用前过 0.45 μm 滤膜)。

4.7 流动相 B:甲醇,色谱纯。

4.8 流动相 C:乙腈,色谱纯。

4.9 混合流动相:将 40 mL 流动相 B,30 mL 流动相 C 以及 30 mL 流动相 A 相混合。

4.10 磷酸盐(PBS)缓冲溶液:称取 0.8 g 氯化钠,0.02 g 氯化钾,0.02 g 磷酸二氢钾,0.115 g 磷酸氢二钠和 0.02 g 葡萄糖于 250 mL 烧杯中加约 90 mL 的水溶解,用 0.1 mol/L 磷酸调整 pH6.0,转移至 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度。