



中华人民共和国国家标准

GB/T 22974—2008

牛奶和奶粉中氮氨菲啶残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of isometamidium residues in milk and milk powder—
LC-MS-MS 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。

本标准主要起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国内蒙古出入境检验检疫局、内蒙古蒙牛乳业(集团)股份有限公司。

本标准主要起草人：潘国卿、张春艳、白国涛、刘来俊、郑书展、李红、张伟、常建军、李梅、庞国芳。

牛奶和奶粉中氮氨基菲啉残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中氮氨基菲啉残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中氮氨基菲啉残留量的测定。

本标准方法检出限:牛奶为 0.010 mg/kg,奶粉为 0.080 mg/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 方法原理

试样中的氮氨基菲啉用乙腈和甲酸铵甲醇混合溶液提取,提取液经浓缩、脱脂后,用液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量,选择离子定性。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 甲酸:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 正己烷:色谱纯。

4.5 甲酸铵。

4.6 0.25 mol/L 甲酸铵甲醇溶液:称取 15.76 g 甲酸铵(4.5)溶于 1 000 mL 甲醇(4.1)中。

4.7 80 % 甲醇水溶液:量取 80 mL 甲醇(4.1)加入 20 mL 水中。

4.8 饱和了 80 % 甲醇水的正己烷溶液:在分液漏斗中加入 300 mL 正己烷(4.4),取适量 80 % 甲醇水溶液(4.7)进行振荡、静置分层,弃去下层甲醇水溶液,上层正己烷溶液备用。

4.9 提取液:量取乙腈(4.3)和 0.25 mol/L 甲酸铵甲醇溶液(4.6)按照 1:1(体积比)进行混合。

4.10 氮氨基菲啉盐酸盐标准品:纯度大于或等于 97 %。

4.11 氮氨基菲啉标准储备溶液:准确称取适量氮氨基菲啉盐酸盐标准品,用甲醇(4.1)配成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液。此溶液在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存。

4.12 氮氨基菲啉标准中间液:准确吸取 5 mL 的氮氨基菲啉标准储备溶液(4.11)于 50 mL 棕色容量瓶中,用甲醇(4.1)定容至刻度,配制成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的氮氨基菲啉标准中间液。该溶液于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱