



中华人民共和国国家标准

GB/T 22988—2008

牛奶和奶粉中螺旋霉素、吡利霉素、 竹桃霉素、替米卡星、红霉素、泰乐菌素 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of spiramycin, pirlimycin, oleandomycin, tilmicosin,
erythromycin and tylosin 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 发布
中国国家标准化管理委员会

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、中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：郭春海、艾连峰、段文仲、陈瑞春、马育松、窦彩云、刘宝圣、张增利、庞国芳。

牛奶和奶粉中螺旋霉素、吡利霉素、 竹桃霉素、替米卡星、红霉素、泰乐菌素 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螺旋霉素、吡利霉素、竹桃霉素、替米卡星、红霉素、泰乐菌素残留量的高效液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中螺旋霉素、吡利霉素、竹桃霉素、替米卡星、红霉素、泰乐菌素残留量的测定和确证。

本标准的方法检出限：牛奶为 $1 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，奶粉为 $8 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 原理

用乙腈提取试样中的分析物，固相萃取柱净化，高效液相色谱-串联质谱测定，外标法定量。

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 乙腈，液相色谱纯。
- 4.2 甲醇，液相色谱纯。
- 4.3 乙酸，液相色谱纯。
- 4.4 甲酸铵，液相色谱纯。
- 4.5 磷酸氢二钠。
- 4.6 氢氧化钠。
- 4.7 甲醇-水溶液(3+7)：300 mL 甲醇与 700 mL 水混合。
- 4.8 5 mol/L 氢氧化钠溶液：称取 20 g 氢氧化钠，用水溶解，定容至 100 mL。
- 4.9 0.1 mol/L 磷酸盐缓冲溶液：6 g 磷酸氢二钠(4.5)溶解于 450 mL 水中，用氢氧化钠(4.8)溶液调节 pH=8，加水至 500 mL，使用前配制。
- 4.10 0.1 mol/L 甲酸铵溶液：0.63 g 甲酸铵(4.4)加水溶解至 1 000 mL。
- 4.11 标准品：螺旋霉素(spiramycin, CAS: 8025-81-8)、吡利霉素(pirlimycin, CAS: 79548-73-5)、竹桃霉素(oleandomycin, CAS: 7060-74-4)、替米卡星(tilmicosin, CAS: 108050-54-0)、红霉素(erythromycin,