



中华人民共和国国家标准

GB/T 22977—2008

牛奶和奶粉中保泰松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of phenylbutazone residues
in bovine 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。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王飞、王海洋、曹彦忠、贾光群、张进杰、石玉秋、庞国芳。

牛奶和奶粉中保泰松残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中保泰松残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中保泰松残留量的测定。

本标准的方法检出限:牛奶 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,奶粉 40.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

牛奶和奶粉中保泰松的残留用氨水保持碱性条件,用乙醇、乙醚和石油醚去除脂肪,然后在酸性条件下用四氢呋喃-正己烷混合溶液提取保泰松残留,浓缩后定容,供液相色谱-串联质谱仪测定。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。

4.1 水:GB/T 6682,一级。

4.2 甲醇。

4.3 乙醇。

4.4 氨水:化学纯。

4.5 乙醚。

4.6 石油醚。

4.7 四氢呋喃:色谱纯。

4.8 正己烷:色谱纯。

4.9 乙腈:色谱纯。

4.10 乙酸乙酯。

4.11 盐酸。

4.12 甲酸铵。

4.13 二硫苏糖醇(dithiothreitol,CAS:3483-12-3): $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2\text{S}_2$,纯度 $\geq 99\%$ 。

4.14 *N,N*-二甲基甲酰胺(*N,N*-Dimethylformamide,CAS:68-12-2): $\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$,含量 99.5%。