

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 22986—2008

GB/T 22986—2008

牛奶和奶粉中氢化泼尼松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of prednisolone residues in milk and milk powder—
LC-MS-MS method

中华人民共和国
国家标准
牛奶和奶粉中氢化泼尼松残留量的测定
液相色谱-串联质谱法
GB/T 22986—2008

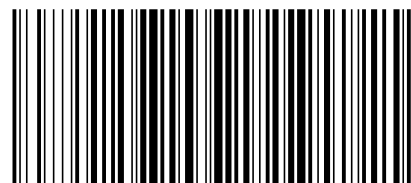
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*
书号: 155066·1-36832 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 22986-2008

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

附录 B
(资料性附录)
回收率

氢化泼尼松添加浓度及平均回收率的试验数据,见表 B.1。

表 B.1 氢化泼尼松添加浓度及平均回收率的试验数据

样品基质	添加浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	平均回收率/%
牛奶	0.5	81.7
	1.0	90.1
	10	93.8
奶粉复原乳	0.5	81.4
	1.0	88.0
	10	94.2

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、白国涛、张春艳、刘来俊、郑书展、李红、张伟、李梅、常建军、庞国芳。

留时间相差在±2.5%以内,且样品色谱图中定性离子的相对丰度与浓度相近的基质标准工作溶液色谱图中对应的定性离子的相对丰度进行比较,相对偏差不得超过表3规定的范围,则可判定样品中存在该种待测物。

表3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差 %

相对离子丰度 K	$K > 50$	$20 < K < 50$	$10 < K < 20$	$K \leq 10$
允许最大偏差	±20	±25	±30	±50

7.4.3.2 定量测定

在仪器最佳工作条件下,对氢化泼尼松基质标准工作溶液(4.14)进行色谱分析,以峰面积为纵坐标,基质标准工作溶液浓度为横坐标绘制标准工作曲线,用标准工作曲线对样品进行定量,基质标准工作溶液和样液中氢化泼尼松的响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述色谱和质谱条件下,氢化泼尼松的参考保留时间为3.55 min,基质标准溶液的多反应监测(MRM)色谱图参见附录A中图A.1。氢化泼尼松添加浓度及平均回收率参见附录B中的表B.1。

7.5 平行试验

按上述步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.6 空白试验

除不称取试样外,均按上述分析步骤进行。

8 结果计算

样品中氢化泼尼松的测定结果可由仪器工作站软件计算,也可按式(1)计算:

$$X = c \times \frac{V}{m} \times \frac{1\ 000}{1\ 000} \times F \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X ——试样中被测组分残留量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- c ——从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——样品溶液所代表试样的质量,单位为克(g);
- F ——换算系数,牛奶 $F=1$,奶粉 $F=20$ 。

计算结果应扣除空白值。

9 精密度

9.1 一般规定

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 的规定确定的,其重复性和再现性的值是以 95% 的可信度来计算。

9.2 重复性

在重复性试验条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),试样中氢化泼尼松含量范围在 $0.50\ \mu\text{g}/\text{kg} \sim 10\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 之间时,重复性方程:牛奶为 $\lg r = 0.714\ 8\ \lg m - 0.653\ 9$,奶粉为 $\lg r = 0.700\ 2\ \lg m - 0.578\ 7$ 。

如果两次测定值的差值超过重复性限(r),应舍弃试验结果并重新完成两次单个实验的测定。

9.3 再现性

在再现性试验条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),试样中氢化泼尼松含量范围在 $0.50\ \mu\text{g}/\text{kg} \sim 10\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 之间时,重复性方程为:牛奶为 $\lg R = 0.610\ 7\ \lg m - 0.591\ 7$,奶粉为 $\lg R = 0.670\ 2\ \lg m - 0.603\ 8$ 。

注: m 为两次测定结果的算术平均值。

牛奶和奶粉中氢化泼尼松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中氢化泼尼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氢化泼尼松残留量的测定。

本标准方法检出限:牛奶为 $0.5\ \mu\text{g}/\text{kg}$,奶粉为 $4.0\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 方法原理

试样中的氢化泼尼松用甲醇-乙酸缓冲溶液提取,正己烷除脂,固相萃取柱净化,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 正己烷:色谱纯。
- 4.4 冰乙酸。
- 4.5 三水乙酸钠。
- 4.6 0.2 mol/L 乙酸溶液:吸取 5.72 mL 冰乙酸(4.4)至 500 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。
- 4.7 0.2 mol/L 乙酸钠溶液:称取 27.22 g 三水乙酸钠(4.5),用水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中,水定容至刻度。
- 4.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}=5.2$):量取 21 mL 乙酸溶液(4.6)与 79 mL 乙酸钠溶液(4.7)混合,调节溶液的 $\text{pH}=5.2$ 。
- 4.9 30% 甲醇水溶液:量取 30 mL 甲醇(4.1),用水稀释定容至 100 mL。
- 4.10 甲醇饱和正己烷:量取甲醇(4.1)10 mL 置于分液漏斗中,加正己烷(4.3)90 mL,振荡混合 1 min,静置分层后,取上层液备用。
- 4.11 氢化泼尼松标准品:纯度大于 99%。
- 4.12 氢化泼尼松标准储备溶液:准确称取氢化泼尼松标准品,用甲醇(4.1)配成 $0.10\ \text{mg}/\text{mL}$ 的标准