

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 22978—2008

GB/T 22978—2008

牛奶和奶粉中地塞米松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

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

中华人民共和国
国家标准
牛奶和奶粉中地塞米松残留量的测定
液相色谱-串联质谱法
GB/T 22978—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

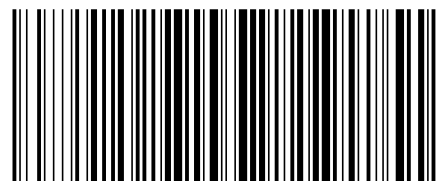
*

书号: 155066·1-36824 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 22978—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

本方法中地塞米松添加浓度及其回收率范围的试验数据,见表 B.1。

表 B.1 地塞米松添加浓度及其回收率范围的试验数据

样品基质	添加浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%
牛奶	0.2	70.0~110.0
	0.5	75.0~105.0
	1.0	78.0~99.0
	10.0	80.3~104.0
奶粉	1.0	65.0~95.0
	2.0	65.0~95.0
	5.0	75.0~100.0
	10.0	78.0~97.0

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:马育松、葛娜、郭春海、段文仲、陈瑞春、吕红英、窦彩云、贾海涛、庞国芳。

9.2 重复性

在重复性测定条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),牛奶和奶粉中地塞米松添加浓度范围及重复性方程见表2。

表2 添加浓度范围及重复性和再现性方程 单位为毫克每千克

样品基质	添加浓度范围	重复性限 r	再现性限 R
牛奶	0.2~10	$r=0.1030m+0.0161$	$R=0.2681m+0.0180$
奶粉	1.0~10	$\lg r=0.2655 \lg m-0.6135$	$\lg R=0.8460 \lg m-0.3613$

注: m 为两次测定结果的算术平均值。

如果差值超过重复性限,应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

9.3 再现性

在再现性测定条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),牛奶和奶粉中地塞米松的添加浓度范围及再现性方程见表2。

牛奶和奶粉中地塞米松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中地塞米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地塞米松残留量的测定和确证。

本标准的方法检出限:牛奶为 $0.2 \mu\text{g}/\text{kg}$,奶粉为 $1.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

牛奶和奶粉样品用乙腈提取试样, C_{18} 固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 甲酸:优级纯。

4.4 0.1%甲酸溶液:移取1 mL甲酸(4.3)于装有约800 mL水的1 L容量瓶中,用水定容至刻度并混匀。

4.5 地塞米松标准物质(CAS:50-05-2):纯度大于等于99%。

4.6 地塞米松标准储备溶液:准确称取100 mg地塞米松标准物质(4.5),用甲醇溶解并定容至100 mL,配成浓度为1.0 mg/mL的标准储备液。该溶液在4℃保存。

4.7 地塞米松标准工作溶液:吸取适量的地塞米松标准储备溶液(4.6),用甲醇配成1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 两种浓度的标准工作溶液。该溶液在4℃保存。

4.8 地塞米松基质标准工作溶液:根据需要吸取适量的地塞米松标准工作溶液(4.7),用空白样品提取液稀释成适当浓度的基质标准工作溶液,临用前配制。

4.9 C_{18} 固相萃取柱:500 mg,3 mL。使用前分别用3 mL乙腈和3 mL水预处理,保持柱体湿润。

4.10 滤膜:0.22 μm 。

5 仪器与设备

5.1 液相色谱-串联质谱仪:配有大气压化学电离源(APCI)。