

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 22984—2008

牛奶和奶粉中卡巴氧和喹乙醇代谢物 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of the residues of metabolites of carbadox and
olaquinox 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、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：林黎、谢丽琪、欧阳姗、梁宏、叶刚、廖菁菁、庞国芳。

牛奶和奶粉中卡巴氧和喹乙醇代谢物 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卡巴氧代谢物喹噁啉-2-羧酸(quinoxaline-2-carboxylic acid)和喹乙醇代谢物 3-甲基喹噁啉-2-羧酸(3-methyl quinoxaline-2-carboxylic acid)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卡巴氧代谢物喹噁啉-2-羧酸(quinoxaline-2-carboxylic acid)和喹乙醇代谢物 3-甲基喹噁啉-2-羧酸(3-methyl quinoxaline-2-carboxylic acid)残留量的测定。

本标准的方法检出限:喹噁啉-2-羧酸和 3-甲基喹噁啉-2-羧酸的方法检出限牛奶为 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。凡是注明日期的引用文件,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。凡是不注明日期的引用文件,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

用甲酸溶液消化试样,使牛奶和奶粉中天然存在的酶失活,然后加入蛋白酶水解,盐酸酸化,离心过滤后,固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,内标法定量。

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 甲醇:色谱纯。
- 4.2 甲酸:色谱纯。
- 4.3 乙酸钠。
- 4.4 乙酸乙酯。
- 4.5 2%甲酸-乙酸乙酯溶液:向 400 mL 乙酸乙酯中加入 10 mL 甲酸,用乙酸乙酯定容至 500 mL。
- 4.6 0.6%甲酸溶液:量取 6.0 mL 甲酸,用水溶解、定容至 1 L。
- 4.7 0.1%甲酸溶液:量取 1.0 mL 甲酸,用水溶解、定容至 1 L。
- 4.8 甲酸-甲醇溶液(19+1):用 190 mL 甲酸溶液(4.2)与 10 mL 甲醇(4.1)混合。
- 4.9 0.1 mol/L 盐酸溶液:量取 8.3 mL 浓盐酸,用水溶解、定容至 1 L。
- 4.10 0.3 mol/L 盐酸溶液:量取 25 mL 浓盐酸,用水溶解、定容至 1 L。