

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 22994—2008

GB/T 22994—2008

牛奶和奶粉中左旋咪唑残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

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

中华人民共和国
国家标准
牛奶和奶粉中左旋咪唑残留量的测定
液相色谱-串联质谱法
GB/T 22994—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 12 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

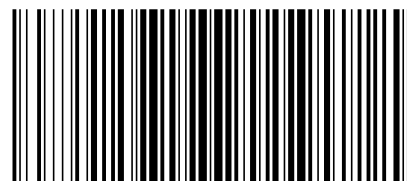
*

书号: 155066·1-36840 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 22994—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

左旋咪唑的添加浓度和平均回收率试验数据,见表 B.1。

表 B.1 左旋咪唑的添加浓度和平均回收率试验数据

样品基质	添加浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	平均回收率/%
牛奶	2.0	78.2
	10	80.5
	20	86.0
	100	89.1
奶粉	5.0	87.3
	10	83.5
	20	88.5
	100	93.4

前 言

本标准附录 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、中华人民共和国青海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:薄海波、雒丽丽、贾光群、曹彦忠、赵青、庞国芳。

7.6 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行测定。

8 结果计算

左旋咪唑残留量的测定按式(1)计算

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

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)。

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 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 ,试样中左旋咪唑添加浓度范围及重复性方程见表 3。

表 3 左旋咪唑含量范围及重复性和再现性方程 单位为微克每千克

化合物名称	添加浓度范围	重复性限 r	再现性限 R
左旋咪唑	0.4~20	$\lg r = 1.133\,9 \lg m - 0.568\,0$	$\lg R = 1.579\,1 \lg m - 0.888\,2$
	3.2~160		
注: m 为两次测定结果的平均值。			

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试验的测定。

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 ,试样中左旋咪唑添加浓度范围及再现性方程见表 3。

牛奶和奶粉中左旋咪唑残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中左旋咪唑残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于液态奶(包括原料奶、纯牛奶、脱脂牛奶)和奶粉(包括纯奶粉、脱脂奶粉和婴幼儿配方奶粉)中左旋咪唑(levamisole)残留量的测定。

本标准牛奶中左旋咪唑检出限为 $0.4 \mu\text{g}/\text{kg}$;奶粉中左旋咪唑检出限为 $3.2 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

在碱性环境下用乙酸乙酯提取试样中的左旋咪唑残留,用稀盐酸将提取液中左旋咪唑转化为盐酸左旋咪唑并反提到盐酸层,强阳离子交换固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

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 乙酸乙酯:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 甲醇:色谱纯。

4.5 氢氧化钠。

4.6 浓盐酸。

4.7 氨水。

4.8 氯化钠。

4.9 无水硫酸钠:用前在 $650 \text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧 4 h,置于干燥器中冷却后备用。

4.10 甲酸:优级纯。

4.11 0.1%甲酸溶液:取 1 mL 甲酸,用水定容至 1 000 mL。当天配制。

4.12 0.2 mol/L 盐酸溶液:取 18 mL 盐酸(4.6),用水定容至 1 000 mL。

4.13 10 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 40 g 氢氧化钠(4.5),用水溶解并定容至 100 mL。

4.14 氨水-甲醇溶液(1+3):量取 50 mL 氨水(4.7)与 150 mL 甲醇(4.4)混合,摇匀。