

ICS 67.050  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22980—2008

GB/T 22980—2008

## 牛奶和奶粉中氟胺烟酸残留量的测定 液相色谱-紫外检测法

Determination of flunixin residue in bovine milk and milk powder—  
LC-UV method

中华人民共和国  
国家标准  
牛奶和奶粉中氟胺烟酸残留量的测定  
液相色谱-紫外检测法  
GB/T 22980—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](http://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

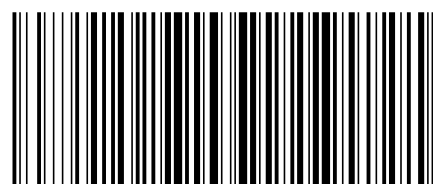
\*

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:155066·1-36826 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 22980—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**

本方法中氟胺烟酸添加浓度及其平均回收率的试验数据,见表 B.1。

**表 B.1 氟胺烟酸添加浓度及其平均回收率的试验数据**

化合物名称	原料乳		纯奶粉	
	添加浓度/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/%	添加浓度/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/%
氟胺烟酸	5.0	90.99	40.0	91.77
	10.0	93.91	60.0	92.62
	20.0	94.27	80.0	95.77
	40.0	93.18	100.0	97.32

## 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、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:宋文斌、李军、李一尘、赵景红、于一茫、李百舸、于杰、李叶、庞国芳。

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

式中:

- X——试样中被测组分残留量,单位为微克每千克(mg/kg);
  - c——从标准曲线上得到被测组分溶液的浓度,单位为微克每毫升(μg/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 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*,原料乳和纯奶粉中氟胺烟酸添加浓度范围及重复性方程见表 1。

表 1 原料乳和纯奶粉中氟胺烟酸的添加浓度范围及重复性和再现性方程 单位为微克每千克

样品基质	添加浓度范围	重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
原料乳	5.0~40.0	lg <i>r</i> =10.16 lg <i>m</i> -11.4	lg <i>R</i> =9.55 lg <i>m</i> -10.65
纯奶粉	40.0~100.0	lg <i>r</i> =0.311 lg <i>m</i> -0.005	lg <i>R</i> =0.360 lg <i>m</i> -0.006

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 *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*,原料乳和纯奶粉中氟胺烟酸添加浓度范围及再现性方程见表 1。

## 牛奶和奶粉中氟胺烟酸残留量的测定 液相色谱-紫外检测法

1 范围

本标准规定了原料乳和纯奶粉中氟胺烟酸(flunixin)残留量的液相色谱-紫外检测方法。本标准适用于原料乳和纯奶粉中氟胺烟酸残留量的测定。本标准的方法检出限:原料乳为 5.0 μg/L,纯奶粉为 40 μg/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

样品在酸性条件下酶解用乙腈提取后,经正己烷和固相萃取柱净化,通过配置紫外检测器的高效液相色谱进行分析测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 甲酸。
- 4.2 冰乙酸。
- 4.3 β-葡萄糖苷酸酶(β-glucuronidase)15 000 U/mL:β-葡萄糖苷酸酶(600 000 U/g),准确称取 0.050 0 g β-葡萄糖苷酸酶,加 2 mL 的磷酸盐(PBS)缓冲溶液溶解,用 0.45 μm 尼龙滤膜过滤。使用前现配制。
- 4.4 葡萄糖。
- 4.5 浓盐酸。
- 4.6 流动相 A:乙酸铵 0.05 mol/L,pH5.0(准确称取 3.90 g 乙酸铵,加水溶解并用甲酸调整至 pH5.0,转移至 1 000 mL 容量瓶中,使用前过 0.45 μm 滤膜)。
- 4.7 流动相 B:甲醇,色谱纯。
- 4.8 流动相 C:乙腈,色谱纯。
- 4.9 混合流动相:将 40 mL 流动相 B,30 mL 流动相 C 以及 30 mL 流动相 A 相混合。
- 4.10 磷酸盐(PBS)缓冲溶液:称取 0.8 g 氯化钠,0.02 g 氯化钾,0.02 g 磷酸二氢钾,0.115 g 磷酸氢二钠和 0.02 g 葡萄糖于 250 mL 烧杯中加约 90 mL 的水溶解,用 0.1 mol/L 磷酸调整 pH6.0,转移至 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度。