

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 22983—2008

GB/T 22983—2008

牛奶和奶粉中六种聚醚类抗生素 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of six polyether antibiotics residues
in milk and milk powder—LC-MS-MS method

中华人民共和国
国家标准
牛奶和奶粉中六种聚醚类抗生素
残留量的测定
液相色谱-串联质谱法
GB/T 22983—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

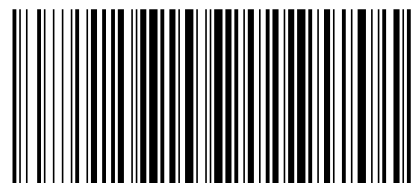
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548

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 1 字数 19 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*
书号: 155066·1-36829 定价 16.00 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 22983-2008

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

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、曹彦忠、雒丽丽、贾光群、星玉秀、李连通、庞国芳。

附录 B
(资料性附录)
回收率

六种聚醚类抗生素在牛奶中添加浓度及其平均回收率的试验数据,见表 B.1;六种聚醚类抗生素在奶粉中添加浓度及其平均回收率的试验数据,见表 B.2。

表 B.1 六种聚醚类抗生素在牛奶中添加浓度及其平均回收率的试验数据

| 化合物名称 | 添加浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$) | 平均回收率/% |
|--------|----------------------------------|---------|
| 拉沙洛菌素 | 1 | 97.6 |
| | 2 | 92.3 |
| | 5 | 95.8 |
| | 10 | 87.6 |
| 莫能菌素 | 0.5 | 94.0 |
| | 2 | 91.7 |
| | 5 | 92.4 |
| | 10 | 89.9 |
| 尼日利亚菌素 | 0.5 | 88.3 |
| | 2 | 94.4 |
| | 5 | 97.0 |
| | 10 | 95.5 |
| 盐霉素 | 1 | 87.8 |
| | 2 | 92.3 |
| | 5 | 85.8 |
| | 10 | 97.5 |
| 甲基盐霉素 | 0.5 | 86.6 |
| | 2 | 91.7 |
| | 5 | 92.4 |
| | 10 | 89.8 |
| 马杜霉素铵 | 1 | 88.9 |
| | 2 | 94.8 |
| | 5 | 97.0 |
| | 10 | 98.5 |

牛奶和奶粉中六种聚醚类抗生素
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六种聚醚类抗生素残留量的液相色谱-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)中拉沙洛菌素(lasalocid)、莫能菌素(monensin)、尼日利亚菌素(nigericin)、盐霉素(salinomycin)、甲基盐霉素(narasin)、马杜霉素铵(madubamycin ammonium)残留量的测定。

本标准的方法检出限:牛奶中拉沙洛菌素、莫能菌素、尼日利亚菌素、盐霉素、甲基盐霉素、马杜霉素铵检出限均为 $0.2 \mu\text{g}/\text{L}$;奶粉中拉沙洛菌素、莫能菌素、尼日利亚菌素、盐霉素、甲基盐霉素、马杜霉素铵检出限均为 $1.6 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

试样中聚醚类抗生素,用乙腈提取,固相萃取柱净化,高效液相色谱-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 乙腈:色谱纯。

4.3 甲醇:色谱纯。

4.4 正己烷:色谱纯。

4.5 乙腈饱和的正己烷:取少量乙腈(4.2)加入正己烷(4.4)中,充分混匀。静止分层后,取上层正己烷。

4.6 甲酸:优级纯。

4.7 乙酸铵:优级纯。

4.8 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。

4.9 水系流动相:1 mL 甲酸与 0.385 g 乙酸铵溶于 1 000 mL 水,混匀。当天配制。

4.10 甲醇溶液(1+1):100 mL 甲醇与 100 mL 水混合均匀。