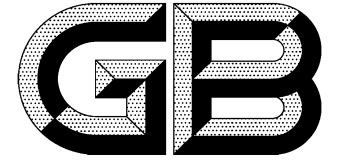


ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 22972—2008

GB/T 22972—2008

牛奶和奶粉中噻苯达唑、阿苯达唑、 芬苯达唑、奥芬达唑、苯硫氨酯 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of thiabendazole, albendazole, fenbendazole, oxfendazole
and febantel residues in milk and milk powder—
HPLC-MS-MS method

中华人民共和国
国家标准
牛奶和奶粉中噻苯达唑、阿苯达唑、
芬苯达唑、奥芬达唑、苯硫氨酯
残留量的测定 液相色谱-串联质谱法
GB/T 22972—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

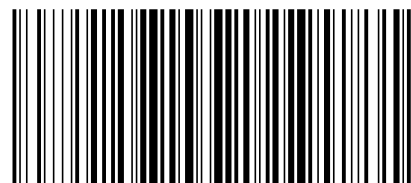
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548

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 14 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*
书号: 155066·1-36818 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 22972-2008

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 A
(资料性附录)

标准物质多反应监测(MRM)色谱图

五种苯并咪唑类药物标准物质多反应监测(MRM)色谱图,见图 A.1。

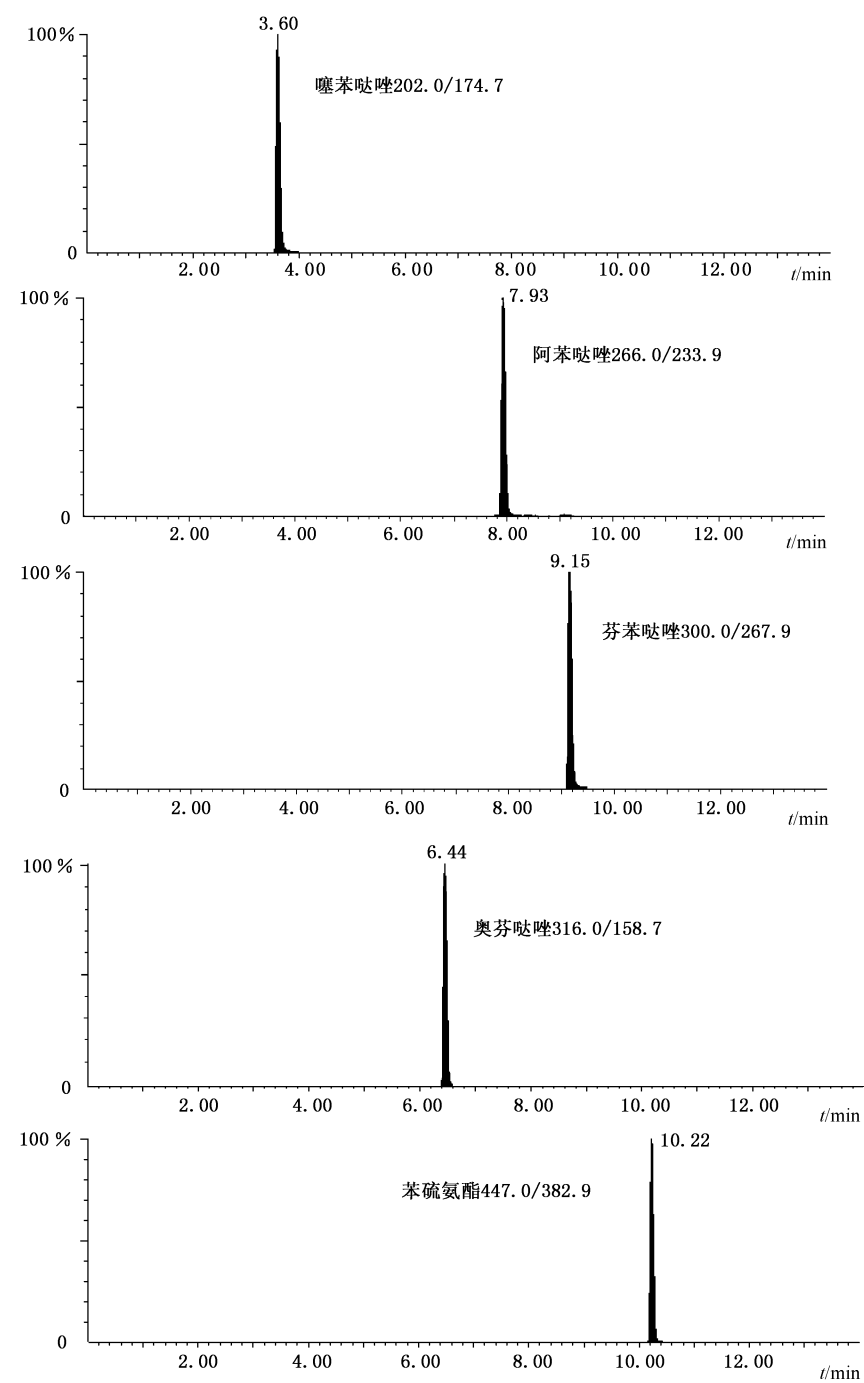


图 A.1 五种苯并咪唑类药物标准物质多反应监测(MRM)色谱图

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、中华人民共和国沈阳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:赵颖、刘宁、金雁、孟祥勇、姚家彪、庞国芳。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差 %

相对离子丰度 K	$K > 50$	$20 < K < 50$	$10 < K < 20$	$K \leq 10$
允许的最大偏差	±20	±25	±30	±50

7.3.3.2 定量测定

用基质混合标准工作溶液(4.13)分别进样,以标准溶液浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,用标准工作曲线对待测样品进行定量,样品溶液中的待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述色谱条件和质谱条件下,五种苯并咪唑类药物标准物质多反应监测(MRM)色谱图参见附录 A 中的图 A.1。五种苯并咪唑类药物的添加浓度及其平均回收率的试验数据参见附录 B 中的表 B.1。

7.4 平行试验

按上述步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.5 空白试验

除不称取样品外,均按上述步骤进行。

8 结果计算

五种苯并咪唑类药物残留量的测定按式(1)计算。

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

式中:

X ——试样中被测组分的残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

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以 95% 的可信度来计算。

9.2 重复性

在重复性实验的条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限 r ,牛奶和奶粉中五种苯并咪唑类药物添加浓度范围及重复性方程见表 4。

表 4 牛奶和奶粉中五种苯并咪唑类药物添加浓度及重复性限和再现性限方程 单位为毫克每千克

化合物名称	添加浓度范围	样品基质	重复性限 r	再现性限 R
噻苯达唑	0.01~0.50	牛奶	$\lg r = 0.919\,9 \lg m - 1.123\,3$	$\lg R = 0.999\,5 \lg m - 0.886\,1$
		奶粉	$\lg r = 1.108\,6 \lg m - 0.809\,7$	$\lg R = 1.084\,5 \lg m - 0.813\,6$
阿苯达唑	0.01~0.50	牛奶	$\lg r = 1.001\,7 \lg m - 1.171\,2$	$\lg R = 0.983\,6 \lg m - 1.037\,8$
		奶粉	$\lg r = 0.981\,9 \lg m - 1.158\,8$	$\lg R = 0.953\,7 \lg m - 1.131\,6$
芬苯达唑	0.01~0.50	牛奶	$\lg r = 0.950\,8 \lg m - 1.100\,2$	$\lg R = 0.947\,4 \lg m - 1.088\,8$
		奶粉	$\lg r = 1.137\,0 \lg m - 0.837\,3$	$\lg R = 1.062\,6 \lg m - 0.875\,8$

牛奶和奶粉中噻苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、奥芬达唑、苯硫氨酯残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中噻苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、奥芬达唑和苯硫氨酯残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中噻苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、奥芬达唑和苯硫氨酯残留量的测定。

本标准的方法检出限:牛奶中噻苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、奥芬达唑和苯硫氨酯的检出限为 0.01 mg/kg;奶粉中噻苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、奥芬达唑和苯硫氨酯的检出限为 0.08 mg/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

样品经乙腈提取, 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

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 正丙醇。

4.5 碳酸氢钠(NaHCO_3)。

4.6 碳酸钠(Na_2CO_3)。

4.7 碳酸氢钠溶液:0.1 mol/L。称取 8.4 g 碳酸氢钠(4.5),用水溶解,定容至 1 000 mL。

4.8 碳酸钠溶液:0.1 mol/L。称取 1.06 g 碳酸钠(4.6),用水溶解,定容至 100 mL。

4.9 碳酸盐缓冲溶液(pH 值为 9.1):将 0.1 mol/L 碳酸氢钠溶液(4.7)900 mL 与 0.1 mol/L 碳酸钠溶液(4.8)100 mL 混合。

4.10 标准物质:噻苯达唑(thiabendazole CAS:148-79-8)、阿苯达唑(albendazole CAS:54965-21-8)、芬苯达唑(fenbendazole CAS:43210-67-9)、奥芬达唑(oxfendazole CAS:53716-50-0)和苯硫氨酯(febantel CAS:58306-30-2)的纯度均 $\geq 99\%$ 。