

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 22979—2008

GB/T 22979—2008

牛奶和奶粉中啮酰菌胺残留量的测定 气相色谱-质谱法

Determination of boscalid residues in milk and milk powder—
GC-MS method

中华人民共和国
国家标准
牛奶和奶粉中啮酰菌胺残留量的测定
气相色谱-质谱法
GB/T 22979—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

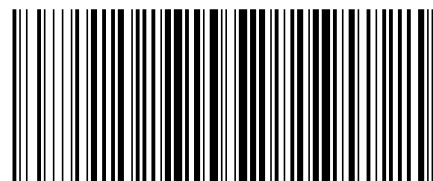
*

书号: 155066·1-36825 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 22979—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

脞酰菌胺添加浓度及其平均回收率的试验数据,见表 B.1。

表 B.1 脞酰菌胺添加浓度及其平均回收率的试验数据

样品基质	添加浓度/(mg/kg)	平均回收率/%
牛奶	0.010	89.0
	0.020	89.6
	0.050	90.7
奶粉复原乳	0.010	88.9
	0.020	88.6
	0.050	89.1

前 言

本标准的附录 A、附录 B 均为资料性附录。

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、中华人民共和国内蒙古出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:潘国卿、张春艳、白国涛、郑书展、刘来俊、李红、张伟、庞国芳。

本方法的添加回收率数据参见附录 B 中的表 B.1。

7.5 平行试验

按上述步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.6 空白试验

除不称取试样外,均按上述分析步骤进行。

8 结果计算

样品中啶酰菌胺残留量的测定按式(1)计算:

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

式中:

X ——试样中被测组分残留量,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);

F ——换算系数,牛奶 $F=1$,奶粉 $F=10$ 。

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),试样中啶酰菌胺含量范围在 0.010 mg/kg~0.050 mg/kg 之间时,重复性方程为:牛奶为 $\lg r=0.989\ 0\ \lg m-0.820\ 4$,奶粉为 $\lg r=1.020\ 0\ \lg m-0.845\ 4$ 。

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),试样中啶酰菌胺含量范围在 0.010 mg/kg~0.050 mg/kg 之间时,再现性方程为:牛奶为 $\lg R=0.976\ 0\ \lg m-0.796\ 1$,奶粉为 $\lg R=1.108\ 9\ \lg m-0.613\ 9$ 。

注: m 为两次测定结果的算术平均值。

牛奶和奶粉中啶酰菌胺残留量的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中啶酰菌胺残留量的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中啶酰菌胺残留量的测定。

本标准方法检出限:牛奶为 0.010 mg/kg;奶粉为 0.080 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

试样中的啶酰菌胺用乙腈提取,提取液经盐析、离心、浓缩和溶剂交换后,经凝胶渗透色谱净化,用气相色谱-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,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 乙酸乙酯:色谱纯。

4.3 环己烷:色谱纯。

4.4 无水硫酸钠:650℃灼烧 4 h,在干燥器内冷却至室温,贮于密封瓶中备用。

4.5 氯化钠。

4.6 乙酸乙酯-环己烷溶液:将乙酸乙酯(4.2)与环己烷(4.3)按照 1:1 体积比进行混合。

4.7 啶酰菌胺标准品:纯度大于 98%。

4.8 啶酰菌胺标准储备溶液:准确称取一定量的啶酰菌胺标准品,用乙酸乙酯-环己烷溶液(4.6)配成 0.10 mg/mL 的标准储备溶液,于 4℃避光保存。

4.9 啶酰菌胺标准工作溶液:根据需要吸取适量的啶酰菌胺标准储备溶液,用乙酸乙酯-环己烷溶液(4.6)逐级稀释成适当浓度的标准工作溶液,于 4℃避光保存。

4.10 啶酰菌胺基质标准工作溶液:根据需要吸取适量的啶酰菌胺标准工作溶液,用阴性样品提取液配制成浓度范围在 0.010 $\mu\text{g/mL}$ ~0.50 $\mu\text{g/mL}$ 的系列基质标准工作溶液,该溶液应现用现配。

4.11 滤膜:0.2 μm 。