



中华人民共和国国家标准

GB/T 22971—2008

牛奶和奶粉中安乃近代谢物 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

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

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

本标准负责起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：沈金灿、谢丽琪、肖陈贵、朱玉兰、熊贝贝、林燕奎、庞国芳。

牛奶和奶粉中安乃近代谢物 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安乃近代谢物 4-甲酰氨基安替比林(4-formylaminoantipyrine)、4-乙酰氨基安替比林(4-acetylaminoantipyrine)、4-甲基氨基安替比林(4-methylaminoantipyrine)和 4-氨基安替比林(4-aminoantipyrine)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 4-甲酰氨基安替比林、4-乙酰氨基安替比林、4-甲基氨基安替比林和 4-氨基安替比林残留量的测定。

本标准的方法检出限为：对于牛奶，4-甲酰氨基安替比林、4-氨基安替比林、4-甲基氨基安替比林和 4-乙酰氨基安替比林均为 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；对于奶粉，4-甲酰氨基安替比林、4-氨基安替比林、4-甲基氨基安替比林和 4-乙酰氨基安替比林均为 40.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

牛奶和奶粉中安乃近代谢物残留加入 Tris 溶液后用乙腈提取，提取液经正己烷脱脂净化，液相色谱-串联质谱仪测定。4-乙酰氨基安替比林、4-甲酰氨基安替比林和 4-氨基安替比林采用外标法定量，4-甲基氨基安替比林采用内标法进行定量。

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 甲醇：色谱纯。

4.2 异丙醇。

4.3 乙腈：色谱纯。

4.4 三羟甲基氨基甲烷(Tris)。

4.5 乙酸铵：色谱纯。

4.6 1.0 mol/L Tris 溶液：准确称取 12.1 g 三羟甲基氨基甲烷，用水定容至 100 mL。

4.7 样品定容溶液：甲醇-水(1+19)。