



中华人民共和国国家标准

GB/T 22994—2008

牛奶和奶粉中左旋咪唑残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of levamisole residues 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
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、雒丽丽、贾光群、曹彦忠、赵青、庞国芳。

牛奶和奶粉中左旋咪唑残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中左旋咪唑残留量液相色谱-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)中左旋咪唑(levamisole)残留量的测定。

本标准牛奶中左旋咪唑检出限为 0.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$;奶粉中左旋咪唑检出限为 3.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

在碱性环境下用乙酸乙酯提取试样中的左旋咪唑残留,用稀盐酸将提取液中左旋咪唑转化为盐酸左旋咪唑并反提到盐酸层,强阳离子交换固相萃取柱净化,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 乙酸乙酯:色谱纯。
- 4.3 乙腈:色谱纯。
- 4.4 甲醇:色谱纯。
- 4.5 氢氧化钠。
- 4.6 浓盐酸。
- 4.7 氨水。
- 4.8 氯化钠。
- 4.9 无水硫酸钠:用前在 650 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4 h,置于干燥器中冷却后备用。
- 4.10 甲酸:优级纯。
- 4.11 0.1%甲酸溶液:取 1 mL 甲酸,用水定容至 1 000 mL。当天配制。
- 4.12 0.2 mol/L 盐酸溶液:取 18 mL 盐酸(4.6),用水定容至 1 000 mL。
- 4.13 10 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 40 g 氢氧化钠(4.5),用水溶解并定容至 100 mL。
- 4.14 氨水-甲醇溶液(1+3):量取 50 mL 氨水(4.7)与 150 mL 甲醇(4.4)混合,摇匀。