



中华人民共和国国家标准

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

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。

牛奶和奶粉中啞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啞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啞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

试样中的啞酰菌胺用乙腈提取,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 °C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 啞酰菌胺标准品:纯度大于 98%。

4.8 啞酰菌胺标准储备溶液:准确称取一定量的啞酰菌胺标准品,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 °C 避光保存。

4.9 啞酰菌胺标准工作溶液:根据需要吸取适量的啞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 °C 避光保存。

4.10 啞酰菌胺基质标准工作溶液:根据需要吸取适量的啞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 μg/mL~0.50 μg/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。