



中华人民共和国国家标准

GB/T 22969—2008

奶粉和牛奶中链霉素、双氢链霉素 和卡那霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of streptomycin, dihydrostreptomycin and kanamycin
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。

本标准主要起草人：刘晓茂、张守军、张进杰、曹彦忠、曹亚平、杨志伟、庞国芳。

奶粉和牛奶中链霉素、双氢链霉素 和卡那霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了奶粉、牛奶中链霉素、双氢链霉素和卡那霉素残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于奶粉、牛奶中链霉素、双氢链霉素和卡那霉素残留量的测定。

本标准的方法检出限：牛奶中链霉素、双氢链霉素和卡那霉素的检出限均为 $10.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，奶粉中链霉素、双氢链霉素和卡那霉素的检出限均为 $80.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

奶粉或牛奶试样中的抗生素用磷酸溶液提取，三氯乙酸沉淀蛋白，用苯磺酸型和羧酸型固相萃取柱净化。液相色谱-串联质谱仪（ESI+）检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为优级纯。

4.1 水：GB/T 6682，一级。

4.2 甲醇：色谱纯。

4.3 乙腈：色谱纯。

4.4 甲酸。

4.5 浓磷酸。

4.6 磷酸氢二钾（ K_2HPO_4 ）。

4.7 三氯乙酸（ $\text{C}_2\text{HCl}_3\text{O}_2$ ）。

4.8 庚烷磺酸钠（ $\text{C}_7\text{H}_{15}\text{NaO}_3\text{S} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）。

4.9 5%磷酸溶液（1+19）：取 50 mL 浓磷酸（4.5），用水定容至 1 L。

4.10 0.2 mol/L 磷酸盐缓冲溶液：pH=8.5。称取 34.8 g 磷酸氢二钾（4.6）用水溶解，定容至 1 L，用氢氧化钠溶液调节 pH=8.5。

4.11 三氯乙酸溶液：50%（质量分数）。取 20 g 三氯乙酸（4.7），用水定容至 20 mL。

4.12 0.01 mol/L 庚烷磺酸钠溶液：称取 2.20 g 庚烷磺酸钠（4.8），用水溶解，定容至 1 L。