



中华人民共和国国家标准

GB/T 22991—2008

牛奶和奶粉中维吉尼霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of virginiamycin residue in bovine 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，中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：宋文斌、李一尘、董振霖、隋凯、赵景红、薛大芳、张华一、李振荣、庞国芳。

牛奶和奶粉中维吉尼霉素残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了原料乳和纯奶粉中维吉尼霉素 M1 (virginiamycin M1) 残留量测定的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于原料乳和纯奶粉中维吉尼霉素 M1 残留量的测定。

本标准的方法检出限:原料乳中维吉尼霉素 M1 为 0.25 $\mu\text{g/L}$,纯奶粉中维吉尼霉素 M1 为 2.0 $\mu\text{g/kg}$ 。

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。凡是不注明日期的引用文件,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

试样中残留的维吉尼霉素 M1 在甲醇+乙腈混合提取液中涡旋提取、离心、取上清液用磷酸二氢铵缓冲溶液稀释,于 C_{18} 固相萃取柱进行净化。将洗脱液中的维吉尼霉素 M1 用三氯甲烷分离萃取,去除水层。氮吹三氯甲烷至干,用甲酸铵缓冲溶液与甲醇混合液溶解并定容,供液相色谱-串联质谱仪测定。

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 乙酸。

4.2 甲酸:色谱纯。

4.3 甲醇:色谱纯。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 三氯甲烷:色谱纯。

4.6 磷酸二氢铵:优级纯。

4.7 甲酸铵:优级纯。

4.8 磷酸二氢铵溶液:0.1 mol/L,称取 11.50 g 磷酸二氢铵(4.6),用水溶解定容至 1 000 mL。

4.9 磷酸二氢铵溶液:0.01 mol/L,量取 0.1 mol/L 磷酸二氢铵溶液(4.8)100 mL,用水稀释定容至 1 000 mL。

4.10 甲酸铵缓冲液:0.12 mol/L,pH=3.2,称取 7.56 g 甲酸铵(4.7),用水溶解,用甲酸(4.2)调节 pH 到 3.2,定容至 1 000 mL。

4.11 甲酸铵缓冲液:0.003 mol/L,pH=3.2,量取 25.0 mL 的甲酸铵缓冲液(4.10),用水稀释定容至