



中华人民共和国国家标准

GB/T 22966—2008

牛奶和奶粉中 16 种磺胺类药物残留量 的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of sixteen sulfonamide 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、中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：吕红英、段文仲、陈瑞春、郭春海、艾连峰、贾海涛、窦彩云、马育松、庞国芳。

牛奶和奶粉中 16 种磺胺类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中 16 种磺胺类药物(见表 2)残留量液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中 16 种磺胺类药物残留量的测定。

本标准的方法检出限:牛奶中磺胺醋酰、磺胺甲基嘧啶、磺胺吡啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺氯哒嗪、磺胺甲基异噁唑、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺-6-甲氧嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺甲噻二唑、甲氧苄氨嘧啶和磺胺二甲异噁唑等 16 种磺胺类药物残留量的方法检出限均为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$;奶粉中磺胺醋酰、磺胺甲基嘧啶、磺胺吡啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺氯哒嗪、磺胺甲基异噁唑、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺-6-甲氧嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺甲噻二唑、甲氧苄氨嘧啶和磺胺二甲异噁唑等 16 种磺胺类药物残留量的方法检出限均为 4.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

用高氯酸溶液提取试样中磺胺类药物残留,Oasis HLB 固相萃取柱¹⁾净化,甲醇洗脱,液相色谱-质谱/质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 高氯酸。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 乙酸:色谱纯。

4.4 高氯酸溶液:pH=2,1 000 mL 水中加入 1 mL 高氯酸,再用水调至 pH=2。

4.5 0.1%乙酸溶液:100 mL 水中加入 0.1 mL 乙酸(4.3)。

4.6 甲醇-乙酸溶液(1+19):量取 50 mL 甲醇(4.2)与 950 mL 乙酸溶液(4.5)混合。

4.7 磺胺醋酰、磺胺甲基嘧啶、磺胺吡啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺氯哒嗪、磺胺甲基异噁

1) Oasis HLB 固相萃取柱是 Waters 公司产品的商品名称,给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。