



中华人民共和国国家标准

GB/T 22978—2008

牛奶和奶粉中地塞米松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of dexamethasone 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、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：马育松、葛娜、郭春海、段文仲、陈瑞春、吕红英、窦彩云、贾海涛、庞国芳。

牛奶和奶粉中地塞米松残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中地塞米松残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中地塞米松残留量的测定和确证。

本标准的方法检出限:牛奶为 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$,奶粉为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

牛奶和奶粉样品用乙腈提取试样, C_{18} 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

水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 甲酸:优级纯。

4.4 0.1%甲酸溶液:移取 1 mL 甲酸(4.3)于装有约 800 mL 水的 1 L 容量瓶中,用水定容至刻度并混匀。

4.5 地塞米松标准物质(CAS:50-05-2);纯度大于等于 99%。

4.6 地塞米松标准储备溶液:准确称取 100 mg 地塞米松标准物质(4.5),用甲醇溶解并定容至 100 mL,配成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液。该溶液在 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

4.7 地塞米松标准工作溶液:吸取适量的地塞米松标准储备溶液(4.6),用甲醇配成 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 两种浓度的标准工作溶液。该溶液在 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

4.8 地塞米松基质标准工作溶液:根据需要吸取适量的地塞米松标准工作溶液(4.7),用空白样品提取液稀释成适当浓度的基质标准工作溶液,临用前配制。

4.9 C_{18} 固相萃取柱:500 mg,3 mL。使用前分别用 3 mL 乙腈和 3 mL 水预处理,保持柱体湿润。

4.10 滤膜:0.22 μm 。

5 仪器与设备

5.1 液相色谱-串联质谱仪:配有大气压化学电离源(APCI)。