

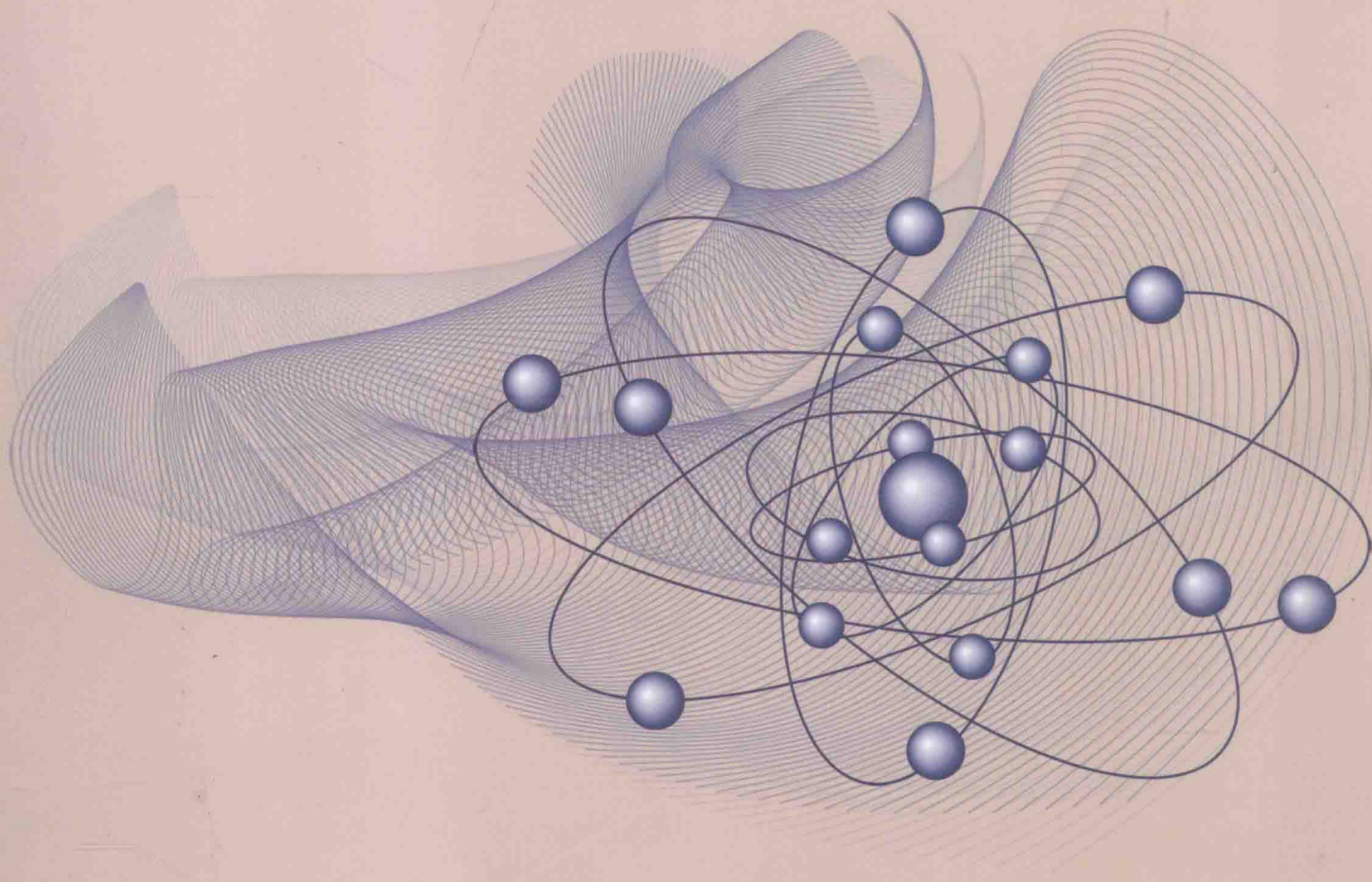
全国分析检测人员能力培训参考资料

分析测试技术系列标准汇编

液相色谱-质谱分析技术 标准汇编

中国标准出版社 编

全国分析检测人员能力培训委员会秘书处 审定



 中国标准出版社

分析测试技术系列标准汇编

液相色谱-质谱分析技术标准汇编

中国标准出版社 编
全国分析检测人员能力培训委员会秘书处 审定

中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

液相色谱-质谱分析技术标准汇编/中国标准出版社
编. —北京:中国标准出版社,2013.11

ISBN 978-7-5066-7302-0

I. ①液… II. ①全…②中… III. ①液相-色谱—质
谱-化学分析-技术标准-汇编-中国 IV. ①0657.63-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 189319 号

中国标准出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 40 字数 1 229 千字

2013 年 11 月第一版 2013 年 11 月第一次印刷

*

定价 200.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107

前 言

本汇编收录了截至 2013 年 6 月发布的液相色谱-质谱分析技术相关标准 67 项,其中国家标准 56 项,行业标准 11 项。其所收录的内容涵盖食品、饲料、环境等多个领域。

本汇编所收集的国家标准和行业标准的属性(推荐性或强制性)已在目录中标明,标准年号用四位数字表示。鉴于部分标准是在标准清理整顿前出版的,目前尚未修订,故正文部分仍保留原样(包括标准正文中“引用标准”或“规范性引用文件”一章中的标准的属性),但其属性以本汇编目录中标明的为准,读者在使用这些标准时请注意查对。

鉴于本汇编收录的标准发布年代不尽相同,汇编时对标准中所使用的计量单位、符号等未作改动。

希望本汇编能更好地服务于液相色谱-质谱分析检测人员,以期提高我国分析检测人员的液相色谱-质谱分析技术能力,确保分析测试结果的有效性,为国民经济更快、更好的发展提供更好的服务。

全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)秘书处对全书进行了审定,提出了许多宝贵的意见和建议,在此表示衷心的感谢!

编 者

2013 年 7 月

目 录

一、食 品 综 合

GB/T 23243—2009	食品包装材料中全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的测定 高效液相色谱-串联质谱法	3
GB/T 23372—2009	食品中无机砷的测定 液相色谱-电感耦合等离子体质谱法	9
SN/T 1859—2007	饮料中棒曲霉素和 5-羟甲基糠醛的测定方法 液相色谱-质谱法和气相色谱-质谱法	15

二、植物源食品

GB/T 18932.19—2003	蜂蜜中氯霉素残留量的测定方法 液相色谱-串联质谱法	27
GB/T 18932.23—2003	蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定方法 液相色谱-串联质谱法	35
GB/T 18932.25—2005	蜂蜜中青霉素 G、青霉素 V、乙氧萘青霉素、苯唑青霉素、邻氯青霉素、双氯青霉素残留量的测定方法 液相色谱-串联质谱法	43
GB/T 19427—2003	蜂胶中芦丁、杨梅酮、槲皮素、茨菲醇、芹菜素、松属素、苛因、高良姜素含量的测定方法 液相色谱-串联质谱检测法和液相色谱-紫外检测法	53
GB/T 21168—2007	蜂蜜中泰乐菌素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	63
GB/T 22940—2008	蜂蜜中氨苯砒残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	71
GB/T 22942—2008	蜂蜜中头孢唑啉、头孢匹林、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢唑肟残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	79
GB/T 22944—2008	蜂蜜中克伦特罗残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	87
GB/T 23405—2009	蜂产品中环己烷氨基磺酸钠的测定 液相色谱-质谱/质谱法	95
GB/T 23407—2009	蜂王浆中硝基咪唑类药物及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	103
GB/T 23584—2009	水果、蔬菜中啉虫脒残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	113
GB/T 23816—2009	大豆中三嗪类除草剂残留量的测定	121
GB/T 23818—2009	大豆中咪唑啉酮类除草剂残留量的测定	135
NY/T 1434—2007	蔬菜中 2,4-D 等 13 种除草剂多残留的测定 液相色谱质谱法	145
NY/T 1453—2007	蔬菜及水果中多菌灵等 16 种农药残留测定 液相色谱-质谱-质谱联用法	153
NY/T 1679—2009	植物性食品中氨基甲酸酯类农药残留的测定 液相色谱-串联质谱法	161

三、动物源食品

GB/T 20741—2006	畜禽肉中地塞米松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	171
GB/T 20743—2006	猪肉、猪肝和猪肾中杆菌肽残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	179
GB/T 20746—2006	牛、猪肝脏和肌肉中卡巴氧、喹乙醇及代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	187
GB/T 20748—2006	牛肝和牛肉中阿维菌素类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	197

GB/T 20752—2006	猪肉、牛肉、鸡肉、猪肝和水产品中硝基呋喃类代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	205
GB/T 20755—2006	畜禽肉中九种青霉素类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	215
GB/T 20756—2006	可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	225
GB/T 20758—2006	牛肝和牛肉中睾酮、表睾酮、孕酮残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	235
GB/T 20760—2006	牛肌肉、肝、肾中的 α -群勃龙、 β -群勃龙残留量的测定 液相色谱-紫外检测法和液相色谱-串联质谱法	245
GB/T 20762—2006	畜禽肉中林可霉素、竹桃霉素、红霉素、替米考星、泰乐菌素、克林霉素、螺旋霉素、吉它霉素、交沙霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	255
GB/T 20766—2006	牛猪肝肾和肌肉组织中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	267
GB/T 21310—2007	动物源性食品中甲状腺拮抗剂残留量检测方法 高效液相色谱/串联质谱法	277
GB/T 21314—2007	动物源性食品中头孢匹林、头孢噻吩残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	291
GB/T 21318—2007	动物源食品中硝基咪唑残留量检验方法	300
GB/T 21320—2007	动物源食品中阿维菌素类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	313
GB/T 21323—2007	动物组织中氨基糖苷类药物残留量的测定 高效液相色谱-质谱/质谱法	321
GB/T 21982—2008	动物源食品中玉米赤霉醇、 β -玉米赤霉醇、 α -玉米赤霉烯醇、 β -玉米赤霉烯醇、玉米赤霉酮和玉米赤霉酮残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	331
GB/T 22286—2008	动物源性食品中多种 β -受体激动剂残留量的测定 液相色谱串联质谱法	343
GB/T 22388—2008	原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法	351
GB/T 22965—2008	牛奶和奶粉中 12 种 β -兴奋剂残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	365
GB/T 22968—2008	牛奶和奶粉中伊维菌素、阿维菌素、多拉菌素和乙酰氨基阿维菌素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	377
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	387
GB/T 22972—2008	牛奶和奶粉中噻苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、奥芬达唑、苯硫氨酯残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	397
GB/T 22974—2008	牛奶和奶粉中氮氨基啉残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	407
GB/T 22975—2008	牛奶和奶粉中阿莫西林、氨苄西林、哌拉西林、青霉素 G、青霉素 V、苯唑西林、氯唑西林、萘夫西林和双氯西林残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	415
GB/T 22977—2008	牛奶和奶粉中保泰松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	425
GB/T 22981—2008	牛奶和奶粉中杆菌肽残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	433
GB/T 22983—2008	牛奶和奶粉中六种聚醚类抗生素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	441
GB/T 22985—2008	牛奶和奶粉中恩诺沙星、达氟沙星、环丙沙星、沙拉沙星、奥比沙星、二氟沙星和麻保沙星残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	453
GB/T 22987—2008	牛奶和奶粉中呋喃它酮、呋喃西林、呋喃妥因和呋喃唑酮代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	463
GB/T 22989—2008	牛奶和奶粉中头孢匹林、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢噻肟残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	475
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	485

GB/T 23218—2008	动物源性食品中玉米赤霉醇残留量的测定	液相色谱-串联质谱法	495
SN/T 2442—2010	动物源性食品中莫西丁克残留量检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	507

四、饲料

GB/T 21108—2007	饲料中氯霉素的测定	高效液相色谱串联质谱法	517
GB/T 21995—2008	饲料中硝基咪唑类药物的测定	液相色谱-串联质谱法	525
GB/T 22147—2008	饲料中沙丁胺醇、莱克多巴胺和盐酸克仑特罗的测定	液相色谱质谱联用法	533
GB/T 22260—2008	饲料中甲基睾酮的测定	高效液相色谱串联质谱法	539
GB/T 23741—2009	饲料中4种巴比妥类药物的测定		547
GB/T 23873—2009	饲料中马杜霉素铵的测定		555
NY/T 1458—2007	饲料中盐酸异丙嗪、盐酸氯丙嗪、地西泮、盐酸硫利达嗪和奋乃静的同步测定	高效液相色谱法和液相色谱质谱联用法	563
NY/T 1757—2009	饲料中苯骈二氮杂革类药物的测定	液相色谱-串联质谱法	571

五、环境

GB/T 21925—2008	水中除草剂残留测定	液相色谱/质谱法	583
NY/T 1616—2008	土壤中9种磺酰脲类除草剂残留量的测定	液相色谱-质谱法	591

六、其他

GB/T 24169—2009	氟化工产品和消费品中全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的测定	高效液相色谱-串联质谱法	601
SN/T 2005.5—2006	电子电气产品中多溴联苯和多溴二苯醚的测定	第5部分:高效液相色谱-串联质谱法	607
SN/T 2449—2010	皮革及其制品中全氟辛烷磺酸的测定	液相色谱-质谱/质谱法	615
SN/T 2461—2010	纺织品中苯氧羧酸类农药残留量的测定	液相色谱-串联质谱法	621



一、食品综合





中华人民共和国国家标准

GB/T 23243—2009

食品包装材料中全氟辛烷磺酰基化合物 (PFOS)的测定 高效液相色谱-串联 质谱法

Determination of perfluorooctane sulfonates (PFOS) in the food
packaging material—High performance liquid
chromatography-tandem mass spectrometry

2009-02-17 发布

2009-07-01 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 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位:国家质检总局进出口化学品安全研究中心、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人:陈伟、于文莲、陈冬东、李晓娟、陈会明、李淑娟、周新。

食品包装材料中全氟辛烷磺酰基化合物 (PFOS)的测定 高效液相色谱-串联 质谱法

1 范围

本标准规定了食品包装材料中全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的高效液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于食品包装材料中全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的测定。

本标准的方法检出限以全氟辛烷磺酸计,含量为 $0.4 \mu\text{g}/\text{m}^2$ 。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 试验方法

3.1 原理

采用快速溶剂萃取仪提取食品包装材料中的全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS),提取液浓缩定容后注入高效液相色谱-串联质谱仪器分析,外标法定量。

3.2 试剂

除另有说明外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.2.1 乙腈:色谱级。

3.2.2 乙酸铵溶液($10 \text{ mmol}/\text{L}$):称取 0.7708 g 乙酸铵至烧杯中,用水溶解并转移至 1 L 容量瓶中定容。

3.2.3 全氟辛烷磺酸标准物质。

3.2.4 微孔滤膜: $0.2 \mu\text{m}$,有机相。

3.2.5 标准储备液:准确称取适量全氟辛烷磺酸标准物质(3.2.3),精确至 0.1 mg ,用乙腈溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,乙腈定容,振荡均匀,配制成全氟辛烷磺酸质量浓度为 $1000 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

注:全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)在溶液中以全氟辛烷磺酸离子状态存在,样品溶液以及标准溶液以全氟辛烷磺酸定量。

3.2.6 标准溶液:准确移取标准储备液(3.2.5) 1 mL ,至 100 mL 容量瓶中,乙腈定容,振荡均匀,即得全氟辛烷磺酸质量浓度为 $10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液。

3.3 仪器

3.3.1 高效液相色谱-串联质谱仪,配工作站。

3.3.2 快速溶剂萃取仪:萃取温度: 80°C ,萃取压力: 10.34 MPa (1500 psi),平衡: 7 min ,重复2次。

3.3.3 旋转蒸发仪。

3.4 样品处理

将食品包装材料样品切割成方块状数块,样品总表面积 50 cm²,放入快速溶剂萃取池中,在已设定条件下用乙腈萃取,萃取液放置至室温,浓缩至干,用 1 mL 乙腈定容,过微孔滤膜(3.2.4)后,供上机测定。

3.5 高效液相色谱-串联质谱测定

3.5.1 高效液相色谱参考条件

3.5.1.1 色谱柱:Atlantis T3 C₁₈或相当色谱柱 2.1 mm×150 mm,i.d., 5.0 μm。

注:[Atlantis T3 C₁₈]是由美国 Waters 公司提供的产品,给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不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。

3.5.1.2 流动相:乙腈:10 mmol/L 乙酸铵溶液(V:V)=80:20。

3.5.1.3 流速:0.2 mL/min。

3.5.1.4 柱温:室温。

3.5.1.5 进样量:10 μL。

3.5.2 串联质谱仪条件参考条件

3.5.2.1 离子源:ESI,离子化方式 ES(—)。

3.5.2.2 毛细管电压:3.0 kV。

3.5.2.3 锥孔电压:55.0 V。

3.5.2.4 萃取电压:3.0 V。

3.5.2.5 透镜电压:1.5 V。

3.5.2.6 离子源温度:120 ℃。

3.5.2.7 脱溶剂气温度:350 ℃。

3.5.2.8 扫描模式:多反应监测(MRM),母离子 m/z 499,定量离子 m/z 80,定性离子 m/z 90。

3.5.2.9 碰撞能量:m/z 499>80(45eV),m/z 499>99(38 eV)。

3.5.3 标准工作溶液的制备

准确吸取 2 mL 的标准溶液(3.2.6)于 100 mL 容量瓶中,用乙腈定容,充分摇匀,得 0.2 μg/mL 的标准工作溶液。用乙腈逐级稀释得到质量浓度为 0.1 μg/mL、0.05 μg/mL、0.02 μg/mL、0.01 μg/mL、0.005 μg/mL、0.002 μg/mL 的标准工作溶液,按质量浓度由稀至浓顺序依次检测,以定量离子峰面积对质量浓度作图供高效液相色谱-串联质谱测定,做出标准工作曲线回归方程。标准物质的色谱图参见附录 A 中图 A.1,子离子的色谱图参见附录 A 中图 A.2。

3.5.4 测定步骤

样品待测液中全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的响应值应在标准工作曲线的线性范围内。超过线性范围则应稀释后再进样测定。

3.5.5 定性判定

按照上述条件测定样品和标准工作溶液,如果样品中的质量色谱峰保留时间与标准工作溶液一致(变化范围在±2.5%之内);样品中目标化合物的两个子离子的相对丰度与质量浓度相当标准溶液的相对丰度一致,相对丰度偏差不超过表 1 的规定,则可判断样品中存在全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)。

表 1 定性离子相对丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%至 50%	>10%至 20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

3.5.6 空白试验

除不加试样外,均按上述测定条件和步骤进行。

4 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果保留两位有效数字。

$$X = \frac{\rho \times V}{S} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的含量,单位为微克每平方米($\mu\text{g}/\text{m}^2$);

ρ ——标准曲线查得的全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——样品稀释后总体积,单位为毫升(mL);

S ——样品表面积,单位为平方米(m^2)。

5 精密度

按本测定方法所确定的实验条件,在添加质量分数为 0.000 2%~0.01%时,相对标准偏差小于 10%;不同实验室对不同水平样品的检验结果,相对标准偏差小于 10%。



附录 A

(资料性附录)

标准物质高效液相色谱-串联质谱色谱图

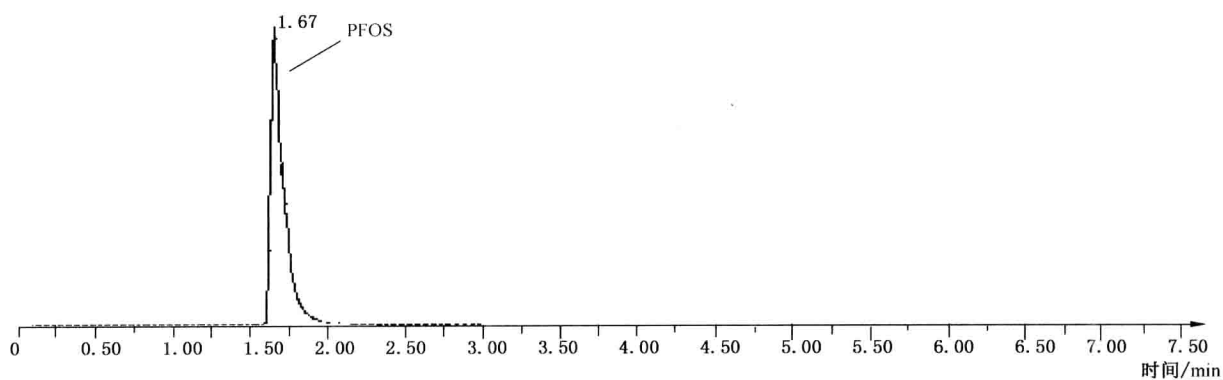
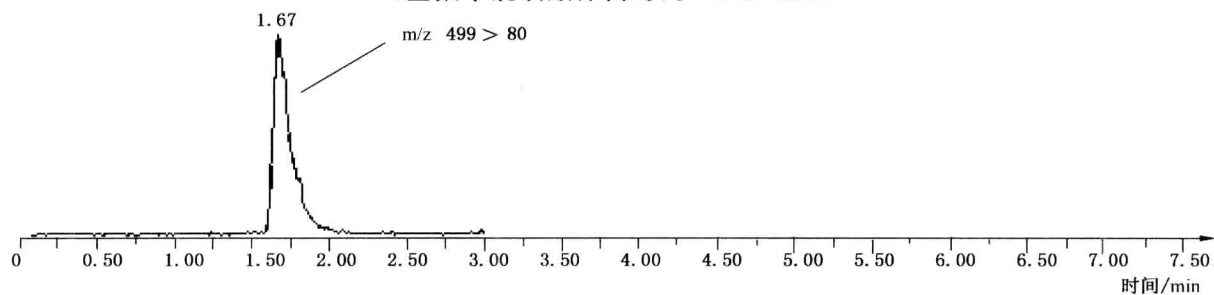
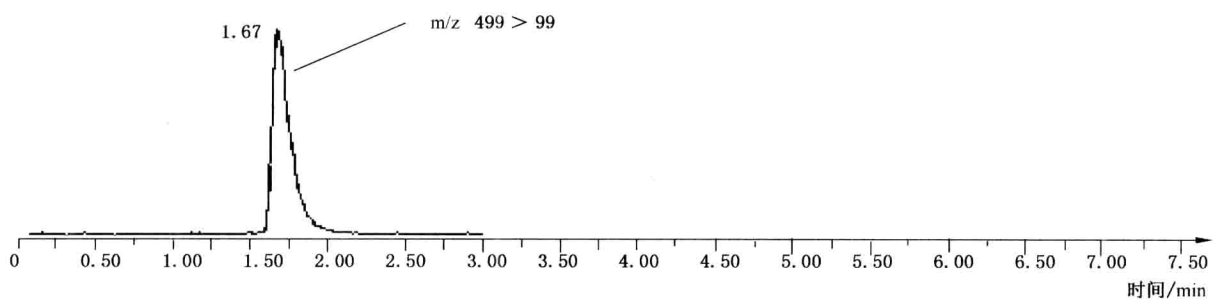


图 A.1 全氟辛烷磺酸标准物质高效液相色谱-串联质谱色谱图

(全氟辛烷磺酸保留时间: 1.67 min)



a) $m/z\ 499 > 80$



b) $m/z\ 499 > 99$

图 A.2 全氟辛烷磺酸标准物质离子高效液相色谱-串联质谱色谱图

(全氟辛烷磺酸保留时间: 1.67 min)



中华人民共和国国家标准

GB/T 23372—2009

食品中无机砷的测定 液相色谱-电感耦合等离子体质谱法

Determination of inorganic-arsenic in foods—
Liquid chromatography-inductive coupled plasma mass spectrometer

2009-03-16 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 为资料性附录。

本标准由中国标准化研究院提出并归口。

本标准起草单位：国家食品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：林立、陈玉红、陈光、杨彦丽、周谔非、王浩、杨红梅。