



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22989—2008

---

## 牛奶和奶粉中头孢匹林、头孢氨苄、 头孢洛宁、头孢喹肟残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of cefapirin, cephalixin, cefalonium, cefquinome  
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：李学民、母健、曹彦忠、刘晓茂、钱小清、庞国芳。

# 牛奶和奶粉中头孢匹林、头孢氨苄、 头孢洛宁、头孢喹肟残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

## 1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中头孢匹林、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢喹肟残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中头孢匹林、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢喹肟残留量的测定。

本标准牛奶的方法检出限：头孢匹林、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢喹肟为  $4.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ ；奶粉的方法检出限为：头孢匹林、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢喹肟为  $32 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## 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

试样中四种头孢菌素类药物残留，用乙腈、磷酸盐缓冲溶液提取，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

除另有说明外，所用试剂均为分析纯。

4.1 水：GB/T 6682，一级。

4.2 甲醇：色谱纯。

4.3 乙腈：色谱纯。

4.4 磷酸二氢钠（ $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ）。

4.5 氢氧化钠：优级纯。

4.6 乙酸。

4.7 正己烷。

4.8 乙腈-水溶液（3+1）：量取 60 mL 乙腈（4.3）和 20 mL 水充分混合。

4.9 乙腈饱和的正己烷：取 100 mL 正己烷（4.7）和 50 mL 乙腈于 250 mL 分液漏斗中，振摇 1 min，静置分层后，弃掉乙腈。

4.10 5 mol/L 氢氧化钠溶液：称取 20 g 氢氧化钠（4.5），用水溶解，定容至 100 mL。

4.11 0.10 mol/L 磷酸二氢钠缓冲溶液：称取 12.0 g 磷酸二氢钠（4.4），用水溶解，定容至 1 000 mL，