

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 22992—2008

GB/T 22992—2008

牛奶和奶粉中玉米赤霉醇、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

Determination of zearalanol, zearalanone, diethylstilbestrol, hexestrol and
dienoestrol multi-residues in milk and milk powder—
LC-MS-MS method

中华人民共和国
国家标准
牛奶和奶粉中玉米赤霉醇、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
GB/T 22992—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

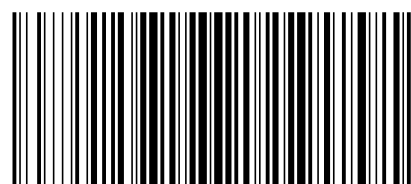
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*
书号: 155066·1-36838 定价 14.00 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)68533533



GB/T 22992-2008

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

附录 A
(资料性附录)

标准物质液相色谱-串联质谱图

玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚标准物质液相色谱-串联质谱图，见图 A.1。

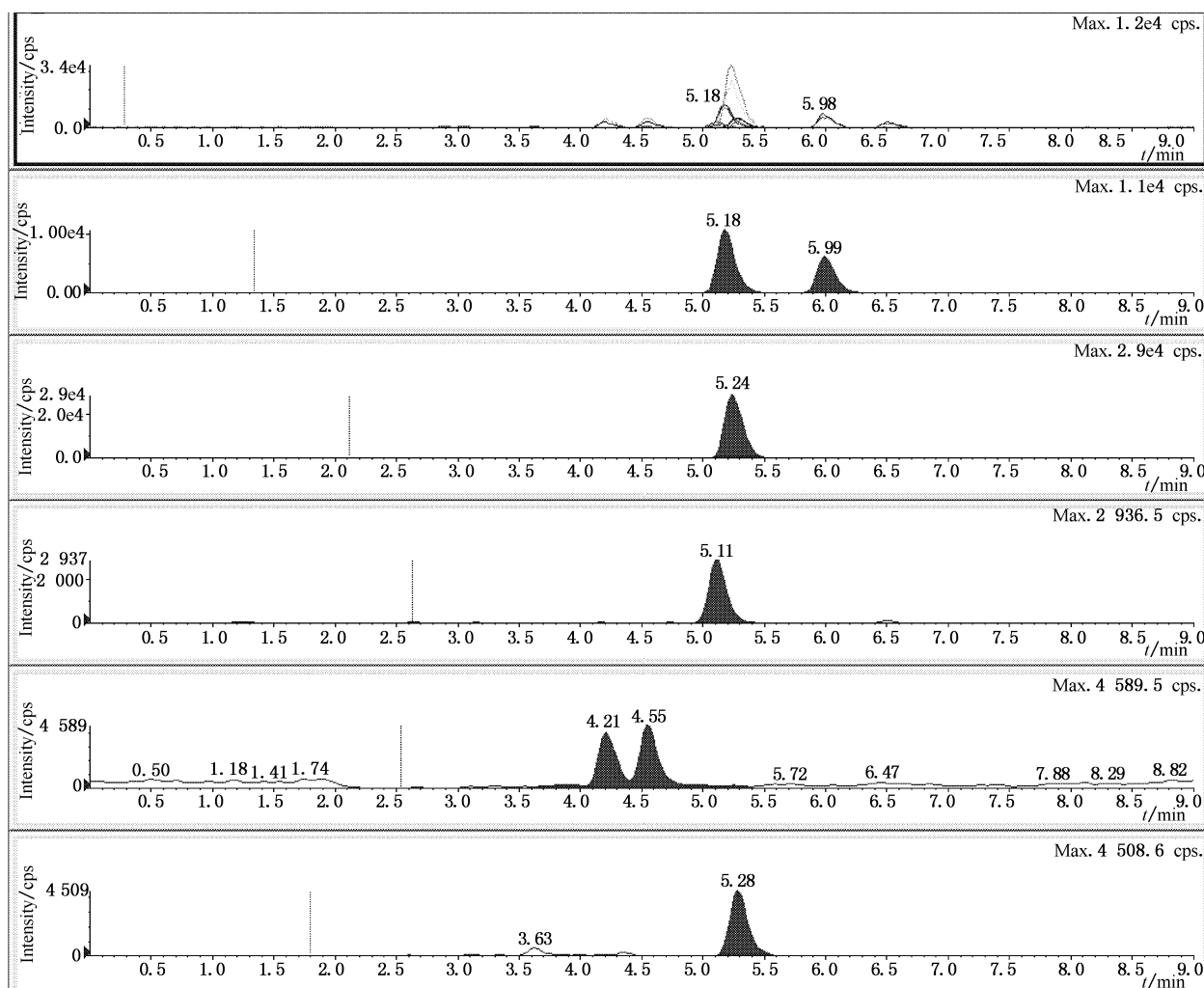


图 A.1 玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚标准物质液相色谱-串联质谱图

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、中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：许泓、吴延晖、何佳、张骏、张曼、林安清、庞国芳。

表 1 (续)

化合物名称	定性离子对(m/z)	定量离子对(m/z)	碰撞能量/V	去簇电压/V
己烯雌酚	266.9/251.0	266.7/251.0	-35	-90
	266.9/237.1		-40	-90
双烯雌酚	264.7/249.1	264.7/249.1	-36	-80
	264.7/235.0		-36	-80
己烷雌酚	269.0/118.9	269.0/134.0	-23	-70
	269.0/134.0		-52	-70
己烯雌酚-8 氘代	275.0/258.9	275.0/258.9	-37	-90
	275.0/245.0		-42	-90

7.4.3 液相色谱-串联质谱测定

7.4.3.1 定性测定

每种被测组分选择 1 个母离子,2 个以上子离子,在相同实验条件下,样品中待测物质和内标物的保留时间之比,也就是相对保留时间,与混合基质标准校准溶液中对应的相对保留时间偏差在±2.5%之内;且样品谱图中各组分定性离子的相对丰度与浓度接近的混合基质标准校准溶液谱图中对应的定性离子的相对丰度进行比较,偏差不超过表 2 规定的范围,则可判定为样品中存在对应的待测物。

表 2 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差 %

相对离子丰度 K	K>50	20<K< 50	10<K< 20	K≤10
允许最大偏差	±20	±25	±30	±50

7.4.3.2 定量测定

配制系列混合基质标准工作溶液(7.1)分别进样,绘制标准工作曲线。检查仪器性能,确定线性范围。用色谱数据工作站或选取与样品含量接近含有内标的标准工作液进行定量。样品溶液中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚的响应值应在工作曲线范围内。标准品的液相色谱-串联质谱图参见附录 A 中的图 A.1。本方法检测牛奶中的激素及代谢物添加浓度及其平均回收率的试验数据参见附录 B 中的表 B.1。

7.5 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.6 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤同时完成空白试验。

8 结果计算

玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚的测定按式(1)计算:

$$X = c_s \times \frac{A}{A_s} \times \frac{c_i}{c_{si}} \times \frac{A_{si}}{A_i} \times \frac{V}{m} \times \frac{1\ 000}{1\ 000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——试样中被测物残留量,单位为微克每千克(μg/kg);
- c_s——基质标准工作溶液中被测物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- A——试样溶液中被测物的色谱峰面积;
- A_s——基质标准工作溶液中被测物的色谱峰面积;
- c_i——试样溶液中内标物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- c_{si}——基质标准工作溶液中内标物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

牛奶和奶粉中玉米赤霉醇、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

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中玉米赤霉醇(zearalanol)、玉米赤霉酮(zearalanone)、己烯雌酚(diethylstilbestrol)、己烷雌酚(hexestrol)、双烯雌酚(dieno-estrol)残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准用于牛奶和奶粉中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚残留量的测定。

本标准方法检出限:牛奶中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烷雌酚、己烯雌酚和双烯雌酚为 1.0 μg/L;奶粉中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烷雌酚、己烯雌酚和双烯雌酚为 8.0 μg/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

用乙腈作为蛋白沉淀剂和提取剂进行提取,阴离子固相萃取柱进行净化,用液相色谱-串联质谱仪测定,内标法定量。

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 氨水。
- 4.5 甲酸。
- 4.6 氢氧化钠。
- 4.7 5 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 200 g 氢氧化钠,用蒸馏水定容到 1 L。
- 4.8 淋洗液:氨水-水(1+19)。
- 4.9 洗脱液:甲酸-甲醇(1+19)。
- 4.10 激素及代谢物标准物质:玉米赤霉醇(包括 α-玉米赤霉醇和 β-玉米赤霉醇,各 50%)纯度大于等于 97%;玉米赤霉酮,纯度大于等于 97%;己烯雌酚,纯度大于等于 99%;己烷雌酚,纯度大于等于 97%。