



中华人民共和国国家标准

GB 31658.9—2021

食品安全国家标准 动物性食品及尿液中雌激素类药物多残留 的测定 液相色谱-串联质谱法

National food safety standard—
Determination of estrogen residues in animal derived foods and animal
urine by liquid chromatography–tandem mass spectrometry method

2021-09-16 发布

2022-02-01 实施



中华人民共和国农业农村部
中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布
国家市场监督管理总局



本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件系首次发布。



食品安全国家标准

动物性食品及尿液中雌激素类药物多残留的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了猪、牛、羊、鸡组织(肌肉、肝脏、肾脏和脂肪),鸡蛋,牛奶,羊奶,猪尿和牛尿中雌激素类药物(雌三醇、雌酮、炔雌醇、 17α -雌二醇、 17β -雌二醇、己烯雌酚、己烷雌酚和己二烯雌酚)残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于猪、牛、羊、鸡组织(肌肉、肝脏、肾脏和脂肪),鸡蛋,牛奶,羊奶,猪尿和牛尿中雌激素类药物(雌三醇、雌酮、炔雌醇、 17α -雌二醇、 17β -雌二醇、己烯雌酚、己烷雌酚和己二烯雌酚)残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中残留的药物经酶解后用乙腈提取,固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,内标法定量。

5 试剂与材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈(CH_3CN):色谱纯。

5.1.2 甲醇(CH_3OH)。

5.1.3 氢氧化钠(NaOH)。

5.1.4 正己烷(C_6H_{14})。

5.1.5 二氯甲烷(CH_2Cl_2)。

5.1.6 氯化钠(NaCl)。

5.1.7 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)。

5.1.8 乙酸(CH_3COOH)。

5.1.9 β -葡萄糖醛酸酶/芳基硫酸酯酶(β -glucuronidase/arylsulfatase): β -葡萄糖醛酸酶 4.5 U/mL,芳基硫酸酯酶 14 U/mL。

5.2 溶液的配制

5.2.1 二氯甲烷-甲醇溶液:取二氯甲烷 70 mL、甲醇 30 mL,混合。

5.2.2 甲醇-水溶液:取甲醇 40 mL、水 60 mL,混合。

5.2.3 乙酸铵溶液(0.02 mol/L):取乙酸铵 1.54 g,加水溶解并稀释至约 800 mL,调节 pH 至 5.2,稀释至 1 000 mL,混匀。