

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20749—2006

GB/T 20749—2006

牛尿中 β -雌二醇残留量的测定 气相色谱-负化学电离质谱法

Method for determination of β -estradiol residues in bovine urine—
gas chromatography-negative-ion chemical ionization
mass spectrometry method

中华人民共和国
国家标准
牛尿中 β -雌二醇残留量的测定
气相色谱-负化学电离质谱法
GB/T 20749—2006

*

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 12 千字

2007年3月第一版 2007年3月第一次印刷

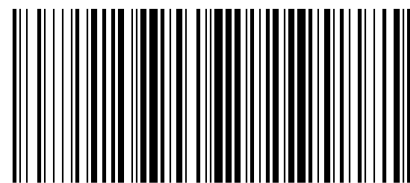
*

书号:155066·1-28928 定价 10.00 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 20749—2006

2006-12-31 发布

2007-03-01 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 B
(资料性附录)
回 收 率

本方法中雌二醇添加浓度及其平均回收率的试验数据:

在 0.25 $\mu\text{g/L}$ 时,回收率为 100.0%;

在 0.5 $\mu\text{g/L}$ 时,回收率为 71.7%;

在 1.0 $\mu\text{g/L}$ 时,回收率为 100.7%;

在 2.0 $\mu\text{g/L}$ 时,回收率为 86.0 %。

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国质量监督检验检疫总局归口。

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、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:庞国芳、王建华、李杰、刘靖靖、蔡发。

本标准系首次发布的国家标准。

7.6 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

8 结果计算

结果按式(1)计算

$$X = c \times \frac{V}{m} \times \frac{1\ 000}{1\ 000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中被测组分残留量,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

c ——从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品溶液所代表试样的质量,单位为克(g)。

注:计算结果应扣除空白值。

9 精密度

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 的规定确定的,其重复性和再现性的值以 95% 的可信度来计算。

9.1 重复性

在重复性条件下,牛尿中雌二醇的含量在 $0.25\ \mu\text{g/L} \sim 2.0\ \mu\text{g/L}$ 范围内,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),本标准的重复性限按式(2)计算:

$$r = 0.155m - 0.0101 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m ——雌二醇测定值的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

如果差值超过重复性限,应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

9.2 再现性

在再现性条件下,牛尿中雌二醇的含量在 $0.25\ \mu\text{g/L} \sim 2.0\ \mu\text{g/L}$ 范围内,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),本标准的再现性限按式(3)计算:

$$\lg R = 1.1021 \lg m - 0.885 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m ——雌二醇测定值的浓度,单位为微克每升。

牛尿中 β -雌二醇残留量的测定 气相色谱-负化学电离质谱法

1 范围

本标准规定了牛尿中 β -雌二醇残留量气相色谱-负化学电离质谱测定方法。

本标准适用于牛尿中 β -雌二醇残留量的测定。

本标准的方法检出限: $0.25\ \mu\text{g/L}$ 。

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—1992,neq ISO 3696:1987)

3 原理

牛尿中雌二醇经过酶水解和固相萃取柱净化后、经酰化衍生化后,用气相色谱-负化学电离质谱选择离子监测模式测定,内标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯;水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 β -葡糖苷酸酶和芳基硫酸苷酶:Helix pomatia,含 β -葡糖苷酸酶 100 000 单位/mL,硫酸酯酶 $\leq 1\ 000$ 单位/mL。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 四丁基甲醚(MTBE):色谱纯。

4.4 乙酸乙酯:色谱纯。

4.5 正己烷:色谱纯。

4.6 吡啶:色谱纯。

4.7 异辛烷:色谱纯。

4.8 衍生化试剂:五氟苯甲酰氯,在避光、防潮环境冷冻储藏。

4.9 碳酸氢钾。

4.10 三水乙酸钠。

4.11 无水硫酸钠。

4.12 甲醇+水溶液(1+1):取 100 mL 甲醇(4.2)和 100 mL 水充分混合。

4.13 甲醇+四丁基甲醚溶液(1+9):取 20 mL 的甲醇(4.2)和 180 mL 四丁基甲醚(4.3)充分混合。

4.14 乙酸钠缓冲液($\text{pH}=5.2$):称取 43 g 三水乙酸钠(4.10)用水溶解,加入 25.2 g 冰乙酸用水定容