

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 22973—2008

GB/T 22973—2008

牛奶和奶粉中醋酸美仑孕酮、 醋酸氯地孕酮和醋酸甲地孕酮 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of melengestrol acetate, chlormadinone acetate and megestrol acetate residues in milk and milk powder—
HPLC-MS-MS method

中华人民共和国
国家标准
牛奶和奶粉中醋酸美仑孕酮、
醋酸氯地孕酮和醋酸甲地孕酮
残留量的测定 液相色谱-串联质谱法
GB/T 22973—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: 155066·1-36819 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 22973-2008

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)

标准物质的多反应监测(MRM)色谱图

醋酸美仑孕酮标准物质的多反应监测(MRM)色谱图,见图 A.1。

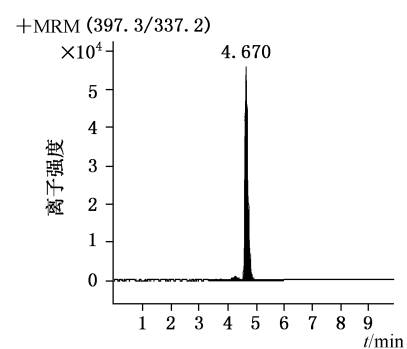


图 A.1 醋酸美仑孕酮标准物质的多反应监测(MRM)色谱图

醋酸氯地孕酮标准物质的多反应监测(MRM)色谱图,见图 A.2。

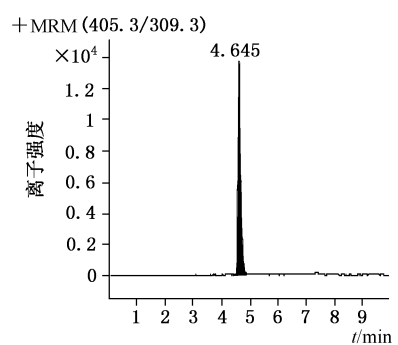


图 A.2 醋酸氯地孕酮标准物质的多反应监测(MRM)色谱图

醋酸甲地孕酮标准物质的多反应监测(MRM)色谱图,见图 A.3。

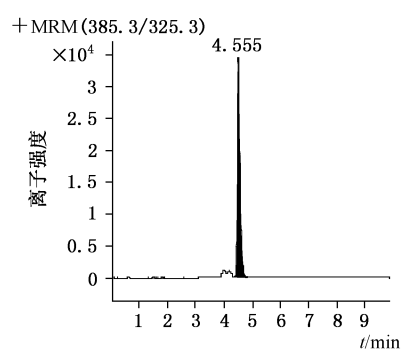


图 A.3 醋酸甲地孕酮标准物质的多反应监测(MRM)色谱图

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。

本标准负责起草单位:中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:王传现、唐毅锋、方晓明、盛永刚、庞国芳。

表 2 定性离子对,定量离子对,去簇电压和碰撞能量

化合物名称	定性离子对(<i>m/z</i>)	定量离子对(<i>m/z</i>)	去簇电压/V	碰撞能量/V
醋酸美仑孕酮	397/337	397/337	120	5
	397/279		120	28
醋酸氯地孕酮	405/345	405/345	80	6
	405/309		80	13
醋酸甲地孕酮	385/325	385/325	130	6
	385/267		130	16

7.5.3 液相色谱-串联质谱测定

7.5.3.1 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,样品中待测物质的保留时间与混合基质标准溶液中对对应物质的保留时间偏差在±2.5%之内;且样品谱图中各定性离子的相对丰度与浓度接近的混合基质标准溶液谱图中对应的定性离子的相对丰度进行比较,若偏差不超过表 3 规定的范围,则可判断样品中存在对应的待测物。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差 %

相对离子丰度 <i>K</i>	<i>K</i> >50	20< <i>K</i> <50	10< <i>K</i> <20	<i>K</i> ≤10
允许相对偏差	±20	±25	±30	±50

7.5.3.2 定量测定

在仪器最佳工作条件下,用混合基质标准校准溶液分别进样,以峰面积为纵坐标,以混合基质标准校准溶液浓度为横坐标,绘制标准工作曲线,用标准工作曲线对样品进行定量,样品溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述色谱条件下,醋酸美仑孕酮、醋酸氯地孕酮和醋酸甲地孕酮标准物质的多反应检测(MRM)色谱图参见附录 A 中的图 A.1、图 A.2 和图 A.3。

本方法的添加回收率数据参见附录 B 中的表 B.1。

7.6 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.7 空白试验

除不称取样品外,均按上述步骤进行。

8 结果计算

醋酸美仑孕酮、醋酸氯地孕酮和醋酸甲地孕酮残留量的测定按式(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,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

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)。

计算结果应扣除空白值。

9 精密度

9.1 一般规定

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,重复性和再现性的值以 95%的可信度来计算。

牛奶和奶粉中醋酸美仑孕酮、 醋酸氯地孕酮和醋酸甲地孕酮 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醋酸美仑孕酮(melengestrol acetate)、醋酸氯地孕酮(chlormadinone acetate)和醋酸甲地孕酮(megestrol acetate)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醋酸美仑孕酮、醋酸氯地孕酮和醋酸甲地孕酮残留量的测定。

本标准的方法检出限:牛奶中醋酸美仑孕酮、醋酸甲地孕酮和醋酸氯地孕酮检测限均为 $2\ \mu\text{g}/\text{kg}$;奶粉中醋酸美仑孕酮、醋酸甲地孕酮和醋酸氯地孕酮的检测限均为 $20\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

从牛奶样品中提取脂肪后,用乙腈提取,皂化后,经氰丙基型固相萃取柱净化, C_{18} 色谱柱分离,液相色谱-串联质谱检测,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 乙腈:色谱纯。

4.3 甲醇:色谱纯。

4.4 乙酸乙酯:色谱纯。

4.5 正己烷:色谱纯。

4.6 氯化镁($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

4.7 氢氧化钠。

4.8 甲酸。

4.9 25%氨水。

4.10 95%乙醇。

4.11 石油醚。

4.12 无水硫酸钠。