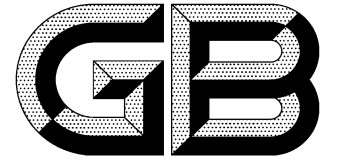


ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20766—2006

GB/T 20766—2006

牛猪肝肾和肌肉组织中玉米赤霉醇、 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

Method for determination of zearalanol, zearalanone,
diethylstilbestrol, hexestrol and dienolestrol multi-residues
in bovine and equine liver, kidney and muscle—
LC-MS-MS method

中华人民共和国
国家标准
牛猪肝肾和肌肉组织中玉米赤霉醇、
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 20766—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 16 千字
2007年3月第一版 2007年3月第一次印刷

*
书号:155066·1-28974 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 20766—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 A
(资料性附录)

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
及玉米赤霉醇-4 氘代、己烯雌酚-8 氘代内标物的多反应监测(MRM)色谱图

玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚标准物质及玉米赤霉醇-4 氘代、己烯雌酚-8 氘代内标物的多反应监测(MRM)色谱图,见图 A.1。

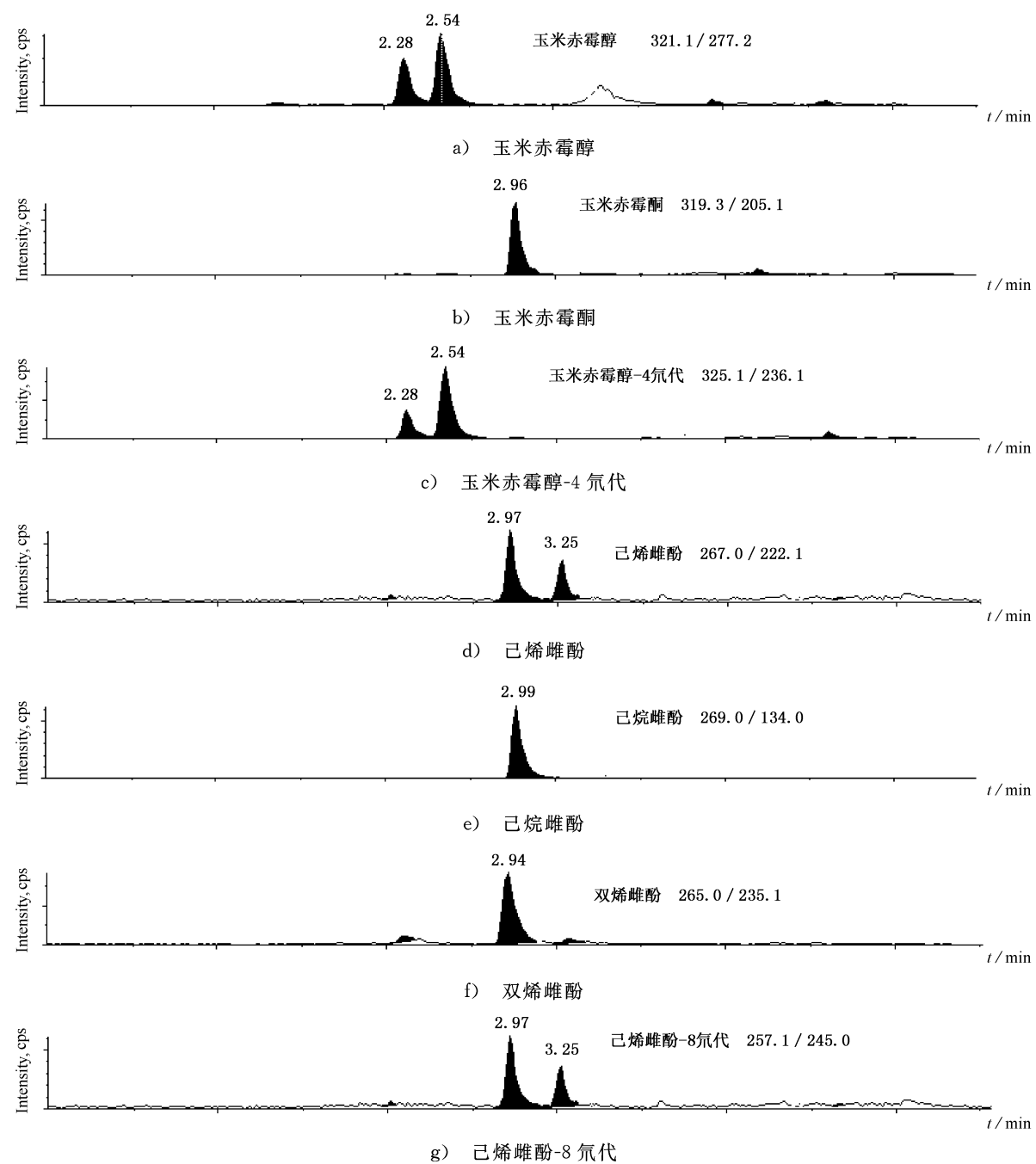


图 A.1 玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚标准物质及玉米赤霉醇-4 氘代、己烯雌酚-8 氘代内标物的多反应监测(MRM)色谱图

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国家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、中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:庞国芳、许泓、林安清、古珑、何佳、张曼。

本标准系首次发布的国家标准。

- g) 辅助气压力:0.241 5 MPa;
 h) 喷雾器电流:—5 μ A;
 i) 电喷雾电压:—4 500 V;
 j) 定性离子对、定量离子对、碰撞气能量和去簇电压,见表 1。

表 1 五种激素及代谢物的定性离子对、定量离子对、碰撞气能量和去簇电压

药物名称	定性离子对(m/z)	定量离子对(m/z)	碰撞气能量/V	去簇电压/V
玉米赤霉醇	321.1/277.2	321.1/277.2	—35	—100
	321.1/303.2		—35	—100
玉米赤霉酮	319.3/205.1	319.3/205.1	—42	—126
	319.3/160.9		—34	—126
玉米赤霉醇-4 氘代	325.1/208.9	325.1/263.1	—36	—100
	325.1/263.1		—38	—100
己烯雌酚	267.0/222.1	267.0/222.1	—40	—90
	267.0/237.1		—40	—90
双烯雌酚	265.0/221.1	265.0/235.1	—35	—90
	265.0/235.1		—32	—90
己烷雌酚	269.0/119.0	269.0/134.0	—22	—75
	269.0/134.0		—46	—75
己烯雌酚-8 氘代	275.1/227.9	275.1/245.0	—40	—73
	275.1/245.0		—40	—74

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,在相同试验条件下,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 $\pm 2.5\%$ 之内;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,若偏差不超过表 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	>50	>20~50	>10~20	≤ 10
允许的最大偏差	± 20	± 25	± 30	± 50

7.4.3.2 定量测定

在仪器最佳工作条件下,基质混合标准溶液(7.1)分别进样,以工作溶液浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。采用内标法进行定量测定。样品溶液中玉米赤霉醇、己烯雌酚、己烷雌酚和双烯雌酚激素的响应值应在工作曲线范围内。在上述色谱条件和质谱条件下,标准物质液相色谱-串联质谱的多反应监测(MRM)色谱图参见图 A.1。

本方法的添加回收率数据参见附录 B。

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。

牛猪肝肾和肌肉组织中玉米赤霉醇、 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

本标准规定了牛猪肝肾和肌肉组织中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛猪肝肾和肌肉组织中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚残留量的测定。

本标准的方法检出限:牛猪肝肾和肌肉组织中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮和己烷雌酚为 0.5 μ g/kg,己烯雌酚和双烯雌酚为 1.0 μ g/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—1992,neq ISO 3696:1987)

3 原理

试样中残留的玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚用叔丁基甲基醚和乙酸盐缓冲溶液加酶解剂分别提取,硅胶固相萃取柱净化后浓缩,用液相色谱-串联质谱仪测定,保留时间和离子丰度比定性,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,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 叔丁基甲基醚:色谱纯。

4.2 乙酸:优级纯。

4.3 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)。

4.4 乙酸盐缓冲溶液:0.2 mol/L,pH=5.2。称取 2.72 g 乙酸(4.2)和 12.95 g 乙酸钠(4.3)溶解于 800 mL 水中,用氢氧化钠溶液(4.6)调节 pH 值至 5.2 ± 0.1 ,加水定容至 1 000 mL。

4.5 氢氧化钠:优级纯。

4.6 氢氧化钠溶液:3 mol/L。称取 120 g 氢氧化钠(4.5)溶于 1 000 mL 去离子水中。

4.7 甲醇:色谱纯。