



中华人民共和国国家标准

GB 29698—2013

GB 29698—2013

食品安全国家标准

奶及奶制品中 17 β -雌二醇、雌三醇、 炔雌醇多残留的测定 气相色谱-质谱法

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准
奶及奶制品中 17 β -雌二醇、雌三醇、
炔雌醇多残留的测定 气相色谱-质谱法
GB 29698—2013

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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
2014 年 3 月第一版 2014 年 3 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-48357 定价 16.00 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)68510107



GB 29698-2013

2013-09-16 发布

2014-01-01 实施

中华人民共和国农业部 发布
中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会

食品安全国家标准
奶及奶制品中 17 β -雌二醇、雌三醇、
炔雌醇多残留的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了奶及奶制品中雌激素类药物残留量检测的制样和气相色谱-质谱测定方法。
本标准适用于鲜奶和奶粉样品中 17 β -雌二醇、雌三醇、炔雌醇单个或多个药物残留量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 原理

试料中残留的雌激素,用乙酸乙酯和乙腈混合溶剂提取,固相萃取柱净化,硅烷化试剂衍生,离子模式气相色谱-质谱测定,外标法定量。

4 试剂和材料

以下所用试剂,除特殊注明外均为分析纯试剂,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 17 β -雌二醇、雌三醇、炔雌醇:含量 \geq 98.0%。
- 4.2 二硫赤藓糖醇。
- 4.3 *N*-甲基三甲基硅基三氟乙酰氨。
- 4.4 三甲基硅烷。
- 4.5 乙腈。
- 4.6 乙酸乙酯。
- 4.7 甲醇。
- 4.8 甲苯。
- 4.9 正己烷。
- 4.10 盐酸。
- 4.11 氢氧化钠。
- 4.12 C₁₈固相萃取柱:LC-C₁₈,500 mg/3 mL,或相当者。
- 4.13 硅胶固相萃取柱:LC-Si, 500 mg/3 mL,或相当者。
- 4.14 95%正己烷乙酸乙酯溶液:取正己烷 95 mL,用乙酸乙酯溶解并稀释至 100 mL。
- 4.15 70%正己烷乙酸乙酯溶液:取正己烷 70 mL,用乙酸乙酯溶解并稀释至 100 mL。
- 4.16 1 mol/L 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠 40 g,用水溶解并稀释至 1 000 mL。

4.17 5 mol/L 盐酸溶液:取浓盐酸 48 mL,用水溶解并稀释至 100 mL。

4.18 衍生化试剂:取二硫赤藓糖醇 0.01 g,用 *N*-甲基三甲基硅基三氟乙酰氨(MSTFA)5 mL 溶解,于液面下加三甲基硅烷 10 μ L,混匀,2 $^{\circ}$ C~8 $^{\circ}$ C 放置过夜,避光防潮密封保存。衍生化试剂应无色,如果发生棕红色等颜色变化,表明试剂失效。

4.19 1 mg/mL 17 β -雌二醇、雌三醇、炔雌醇标准贮备液:精确称取 17 β -雌二醇、雌三醇、炔雌醇标准品各 10 mg,分别于 10 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,配成浓度为 1 mg/mL 的标准贮备液。-20 $^{\circ}$ C 以下保存,有效期 6 个月。

4.20 10 mg/L 17 β -雌二醇、雌三醇、炔雌醇混合标准工作液:精密量取 1 mg/mL 17 β -雌二醇、雌三醇和炔雌醇标准贮备液各 1.0 mL,于 100 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,配制成浓度为 10 mg/L 的混合标准工作液,2 $^{\circ}$ C~8 $^{\circ}$ C 保存,有效期 1 个月。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱联用仪:EI 源。

5.2 分析天平:感量 0.000 01 g。

5.3 天平:感量 0.01 g。

5.4 氮吹仪。

5.5 固相萃取装置。

5.6 均质器。

5.7 旋涡混合器。

5.8 离心机。

5.9 烘箱。

5.10 pH 计。

5.11 旋转浓缩仪。

5.12 滤膜:0.22 μ m。

6 试样制备与保存

6.1 试料的制备

取适量新鲜或冷藏的空白或供试样品,混合,并使均质。

——取均质后的供试样品,作为供试试料。

——取均质后的空白样品,作为空白试料。

——取均质后的空白样品,添加适宜浓度的标准工作液,作为空白添加试料。

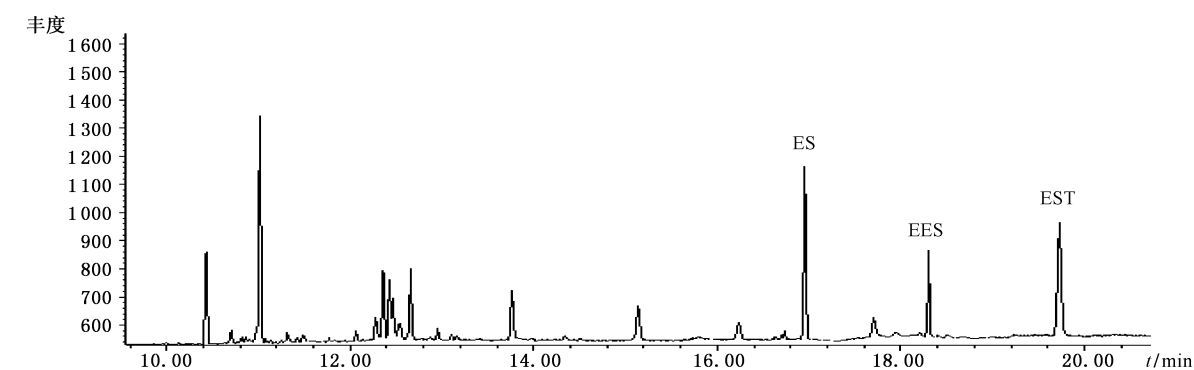
6.2 试料的保存

2 $^{\circ}$ C~8 $^{\circ}$ C 保存。

7 测定步骤

7.1 标准工作曲线制备

精密量取 10 mg/L 混合标准工作液适量,用甲醇稀释,配制成浓度为 10、50、100、200、500 和 1 000 μ g/L 系列标准工作液,于 40 $^{\circ}$ C 水浴氮气吹干,按衍生化步骤处理,供气相色谱法-质谱测定。以



说明:

ES——17 β -雌二醇衍生物;

EES——炔雌醇衍生物;

EST——雌三醇衍生物。

图 A.3 牛奶空白添加 17 β -雌二醇、炔雌醇和雌三醇试样色谱图(1 μ g/kg)