

中华人民共和国国家标准

农业部 1031 号公告—4—2008

鸡肉和鸡肝中己烯雌酚残留检测 气相色谱—质谱法

Determination of diethylstilbestrol in chicken muscle and liver
Gas chromatography—mass spectrometry method

2008-05-09 发布

2008-05-09 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：农业部畜禽产品质量监督检验测试中心。

本标准主要起草人：吴银良、杨清峰、刘勇军、王海、单吉浩、蔡英华、姜艳彬、刘兴国、李艳华。

鸡肉和鸡肝中己烯雌酚残留检测 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了鸡肉和鸡肝中己烯雌酚残留量测定的气相色谱-质谱(GC-MS)方法。
本标准适用于鸡肉和鸡肝中己烯雌酚的测定。

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 6682 分析实验室用水规则和试验方法

3 制样

3.1 样品的制备

取适量新鲜或冷冻的组织样品,绞碎并使均匀。

3.2 样品的保存

-20℃冰箱中储存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理

动物组织样品中呈结合态的己烯雌酚在乙酸铵溶液中经酶解后成游离状态,再用乙腈提取。合并提取液,利用溶剂的极性差异,加入一定量的正己烷和乙酸乙酯混合溶剂使提取液分成三层,取中间层经旋转蒸发后溶解在乙酸乙酯中,再通过碳酸钠溶液和硅胶柱进行净化处理。净化后的样品经甲基硅烷化后进行气相色谱-质谱分析。

4.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中使用确认的分析纯试剂,水为符合 GB/T6682 规定的一级水。

4.2.1 己烯雌酚:含己烯雌酚不得少于 98.0%。

4.2.2 正己烷。

4.2.3 乙酸乙酯。

4.2.4 碳酸钠。

4.2.5 乙腈:色谱纯。

4.2.6 甲醇:色谱纯。

4.2.7 正己烷/乙酸乙酯:体积比为 85:15 和 70:30。

4.2.8 10%碳酸钠溶液:取 100 g 碳酸钠,加水溶解并稀释至 1 000 mL。

4.2.9 乙酸铵溶液 0.02 mol/L:称取 1.54 g 乙酸铵,加水溶解并稀释至 800 mL 左右,调节 pH 至 5.2,定容至 1 000 mL。

4.2.10 硅胶固相萃取小柱:500 mg,3 mL,或相当者。