



中华人民共和国国家标准

GB/T 22967—2008

牛奶和奶粉中 β -雌二醇残留量的测定 气相色谱-负化学电离质谱法

Determination of β -estradiol residues in milk and milk powder—
Gas chromatography-negative-ion chemical ionization
mass spectrometry method

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

前 言

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

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：王建华、张艺兵、郭翠、王境堂、孙忠松、庞国芳。

牛奶和奶粉中 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

本标准规定了牛奶和奶粉中 β -雌二醇残留量气相色谱-负化学电离质谱测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中 β -雌二醇残留量的测定。

本标准的方法检出限：牛奶 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，奶粉 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

牛奶和奶粉中雌二醇经过酶水解，用乙腈作为蛋白沉淀剂和提取剂进行提取，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/芳基硫酸苷酶：*Helix pomatia*，每毫升含 β -葡糖苷酸酶 100 000 单位，每毫升硫酸酯酶 $\leq 1 000$ 单位。

4.2 甲醇：色谱纯。

4.3 乙腈：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 正丙醇：分析纯。

4.9 衍生化试剂：五氟苯甲酰氯，在避光、防潮环境冷冻储藏。

4.10 碳酸氢钠。

4.11 三水乙酸钠。

4.12 氯化钠。

4.13 0.1%乙酸溶液：移取 0.1 mL 冰乙酸，用水定容 100 mL。