



中华人民共和国国家标准

GB/T 22992—2008

牛奶和奶粉中玉米赤霉醇、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

Determination of zearalanol, zearalanone, diethylstilbestrol, hexestrol and
dienoestrol multi-residues in milk and milk powder—
LC-MS-MS 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 发布
中国国家标准化管理委员会

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：许泓、吴延晖、何佳、张骏、张曼、林安清、庞国芳。

牛奶和奶粉中玉米赤霉醇、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

本标准规定了牛奶和奶粉中玉米赤霉醇(zearalanol)、玉米赤霉酮(zearalanone)、己烯雌酚(diethylstilbestrol)、己烷雌酚(hexestrol)、双烯雌酚(dieno-estrol)残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准用于牛奶和奶粉中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚残留量的测定。

本标准方法检出限:牛奶中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烷雌酚、己烯雌酚和双烯雌酚为 1.0 $\mu\text{g/L}$;奶粉中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烷雌酚、己烯雌酚和双烯雌酚为 8.0 $\mu\text{g/kg}$ 。

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—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

用乙腈作为蛋白沉淀剂和提取剂进行提取,阴离子固相萃取柱进行净化,用液相色谱-串联质谱仪测定,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。

4.1 水:GB/T 6682,一级。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 氨水。

4.5 甲酸。

4.6 氢氧化钠。

4.7 5 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 200 g 氢氧化钠,用蒸馏水定容到 1 L。

4.8 淋洗液:氨水-水(1+19)。

4.9 洗脱液:甲酸-甲醇(1+19)。

4.10 激素及代谢物标准物质:玉米赤霉醇(包括 α -玉米赤霉醇和 β -玉米赤霉醇,各 50%)纯度大于等于 97%;玉米赤霉酮,纯度大于等于 97%;己烯雌酚,纯度大于等于 99%;己烷雌酚,纯度大于等于