



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

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 $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，己烯雌酚和双烯雌酚为 $1.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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—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。