



中华人民共和国国家标准

GB 29698—2013

食品安全国家标准

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

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

试样中残留的雌激素,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。