

虎丘区食品中17 -雌二醇、雌三醇、炔雌醇和雌酮残留量检测

产品名称	虎丘区食品中17 - 雌二醇、雌三醇、炔雌醇和雌酮残留量检测
公司名称	广分检测技术（苏州）有限公司
价格	.00/件
规格参数	
公司地址	江苏省昆山市陆家镇星圃路12号智汇新城B区7栋
联系电话	0512-65587132 18662248592

产品详情

食品安全国家标准

动物性食品中 17 -雌二醇、雌三醇、炔雌醇和

雌酮残留量的测定气相色谱-质谱法

1范围

本文件规定了牛、羊、猪、鸡肌肉和猪肝脏、肾脏、脂肪中类固醇激素类药物(173-雌二醇、雌三醇、炔雌醇、雌酮)残留量检测的制样和气相色谱-质谱测定方法。

本文件适用于牛、羊、猪、鸡肌肉和猪肝脏、肾脏、脂肪中173-雌二醇、雌三醇、炔雌醇,雌酮残留量的检测。

2规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其*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术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4原理

试样中残留的17 -雌二醇、雌三醇,炔雌醇,雌酮,经酶解,提取,净化和衍生,气相色谱-质谱法测定,外标法定量。

8测定步骤

8.1提取

取试样5 g(准确至±0.02 g)，于50 mL离心管，加醋酸钠缓冲液10 mL,均质1 min,涡旋振荡2 min,加葡萄糖醛酸酶/芳香基硫酸酯酶20 ul,50 ℃酶解2 h,加乙酸乙酯20 mL,涡旋振荡3 min,10 000 r/min离心5 min,收集上清液于100 ml.鸡心瓶中,残渣中加乙酸乙酯20 ml,重复提取1次,合并上清液,40 ℃水浴旋转蒸发至近干,用氢氧化钠溶液6 ml.分3次溶解洗涤鸡心瓶,洗液转入50 mL.离心管中,加正己烷20 mL,涡旋振荡1 min,10 000 r/min 离心5 min,收集下层清液,加醋酸铵溶液1 ml.,用冰醋酸调pH至5.0 ~ 5.2,备用。

8.2净化

取C₁₈固相萃取柱,依次用甲醇,水各5 mL活化。取备用液,过柱,分别用水、甲醇水溶液各5 mL淋洗,抽干,加甲醇5 mL.洗脱,收集洗脱液,50 ℃水浴氮气吹干。加乙酸乙酯正己烷溶液5 mL.使溶解,备用;取硅胶固相萃取柱,加正己烷5 mL活化,取备用液过柱,淋洗,抽干,加乙腈5 mL.洗脱,收集洗脱液,50 ℃水浴氮气吹干。

8.3 衍生

加甲苯.衍生化试剂各 100 uL于上述氮气吹干的玻璃试管中,振荡混合,封口,于 80 ℃烘箱中衍生60 min,冷却,供GC-MS测定。

8.4 标准工作曲线制备

精密量取混合标准工作液适量,用甲醇稀释成浓度分别10 ug/L.50 ug/L、100 pg/L、200 pg/L、500 ug/L,1 000 ug/L系列标准溶液,各准确量取500 u.L,50 ℃水浴氮气吹干,按步骤7.3进行衍生,冷却后再各加甲苯300 p.L进行GC-MS测定。以17β-雌二醇、雌三醇,炔雌醇和雌酮各浓度为横坐标,相应的定量离子峰面积为纵坐标,绘制标准曲线或求线性回归方程。