



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20749—2006

---

## 牛尿中 $\beta$ -雌二醇残留量的测定 气相色谱-负化学电离质谱法

Method for determination of  $\beta$ -estradiol residues in bovine urine—  
gas chromatography-negative-ion chemical ionization  
mass spectrometry 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、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：庞国芳、王建华、李杰、刘靖靖、蔡发。

本标准系首次发布的国家标准。

# 牛尿中 $\beta$ -雌二醇残留量的测定

## 气相色谱-负化学电离质谱法

### 1 范围

本标准规定了牛尿中  $\beta$ -雌二醇残留量气相色谱-负化学电离质谱测定方法。

本标准适用于牛尿中  $\beta$ -雌二醇残留量的测定。

本标准的方法检出限:0.25  $\mu\text{g/L}$ 。

### 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

牛尿中雌二醇经过酶水解和固相萃取柱净化后、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  $\beta$ -葡萄糖苷酸酶和芳基硫酸苷酶:Helix pomatia,含  $\beta$ -葡萄糖苷酸酶 100 000 单位/mL,硫酸酯酶  $\leq 1 000$  单位/mL。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 四丁基甲醚(MTBE):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 衍生化试剂:五氟苯甲酰氯,在避光、防潮环境冷冻储藏。

4.9 碳酸氢钾。

4.10 三水乙酸钠。

4.11 无水硫酸钠。

4.12 甲醇+水溶液(1+1):取 100 mL 甲醇(4.2)和 100 mL 水充分混合。

4.13 甲醇+四丁基甲醚溶液(1+9):取 20 mL 的甲醇(4.2)和 180 mL 四丁基甲醚(4.3)充分混合。

4.14 乙酸钠缓冲液(pH=5.2):称取 43 g 三水乙酸钠(4.10)用水溶解,加入 25.2 g 冰乙酸用水定容