



中华人民共和国国家标准

GB/T 20443—2006

鸡组织中己烯雌酚残留的测定 高效液相色谱-电化学检测器法

Method for the determination of diethylstilbestrol in chicken tissue—
High performance liquid chromatography with electrochemical detection

2006-08-28 发布

2006-11-01 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 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：农业部畜禽产品质量监督检验测试中心。

本标准主要起草人：杨清峰、吴银良、薛毅、单吉浩、李卫东、王海、刘勇军。

鸡组织中己烯雌酚残留的测定

高效液相色谱-电化学检测器法

1 范围

本标准规定了鸡组织中己烯雌酚残留量测定的高效液相色谱-电化学检测器方法。
本标准适用于鸡组织中(鸡肌肉和鸡肝脏)己烯雌酚残留量的测定。

2 原理

鸡组织中的己烯雌酚经叔丁基甲基醚提取、C₁₈柱净化,甲醇和水的混合液洗脱。以甲醇-磷酸盐缓冲液(pH3.5)为流动相,用高效液相色谱-电化学检测器法测定,外标法定量。电化学检测器对可氧化还原的化合物具有很高的灵敏度,利用这一特点,可测出痕量的己烯雌酚。

3 试剂和材料

所有试剂除注明外均为分析纯,实验用水为去离子水。

- 3.1 叔丁基甲基醚:色谱纯。
- 3.2 甲醇:色谱纯。
- 3.3 氢氧化钠溶液:1 mol/L水溶液。
- 3.4 乙酸。
- 3.5 乙酸溶液:体积分数为20%水溶液。
- 3.6 磷酸盐缓冲液:0.05 mol/L磷酸二氢钾水溶液,pH 3.5。
- 3.7 己烯雌酚标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.8 己烯雌酚标准储备液:准确称取一定量的己烯雌酚标准品于棕色容量瓶中,用甲醇溶解后定容至刻度,得100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。储存于4℃冰箱中,使用前恢复至室温。
- 3.9 己烯雌酚标准工作液:用前将储备液用甲醇稀释为50 ng/mL~2 000 ng/mL的浓度系列。

4 仪器和设备

- 4.1 高效液相色谱仪,配电化学检测器。
- 4.2 均质器。
- 4.3 固相萃取装置。
- 4.4 固相萃取小柱:C₁₈柱,容积为6 mL。
- 4.5 旋转蒸发器。
- 4.6 心形瓶:100 mL。
- 4.7 分液漏斗:100 mL。
- 4.8 酸度计。
- 4.9 涡旋混均器。
- 4.10 真空泵。
- 4.11 样品浓缩仪。

5 样品处理

样品采集后于10 000 r/min下匀浆(或者将样品尽量粉碎),于-20℃以下冷冻保存,分析用时将其