



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.108—2003
代替 GB/T 14931.2—1994

畜禽肉中己烯雌酚的测定

Determination of diaethylstilbestrol in flesh

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 14931.2—1994《畜禽肉中己烯雌酚的测定方法》。

本标准与 GB/T 14931.2—1994 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《畜禽肉中己烯雌酚的测定》；
- 按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：辽宁省食品卫生监督检验所、沈阳市卫生防疫站、鞍山市卫生防疫站。

本标准主要起草人：翟永信、李学明、冯昕、吴百禄、刘春艳。

原标准 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

畜禽肉中己烯雌酚的测定

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱(HPLC)方法测定畜禽肉中己烯雌酚残留。

本标准适用于新鲜鸡肉、牛肉、猪肉、羊肉中己烯雌酚残留量测定。检出限 0.25 mg/kg。

2 原理

试样匀浆后,经甲醇提取过滤,注入 HPLC 柱中,经紫外检测器鉴定。于波长 230 nm 处测定吸光度,同条件下绘制工作曲线,己烯雌酚含量与吸光度值在一定浓度范围内成正比,试样与工作曲线比较定量。

3 试剂

3.1 甲醇

3.2 0.043 mol/L 磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)取 1 g 磷酸二氢钠溶于水成 500 mL。

3.3 磷酸

3.4 己烯雌酚(DES)标准溶液:精密称取 100 mg 己烯雌酚(DES)溶于甲醇,移入 100 mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,混匀,每毫升含 DES 1.0 mg,贮于冰箱中。

3.5 己烯雌酚(DES)标准使用液:吸取 10.00 mL DES 贮备液,移入 100 mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,混匀,每毫升含 DES 100 μg 。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪:具紫外检测器。

4.2 小型绞肉机。

4.3 小型粉碎机。

4.4 电动振荡机。

4.5 离心机。

5 分析步骤

5.1 提取及净化

称取 5 g(± 0.1 g)绞碎(小于 5 mm)肉试样,放入 50 mL 具塞离心管中,加 10.00 mL 甲醇,充分搅拌,振荡 20 min,于 3 000 r/min 离心 10 min,将上清液移出,残渣中再加 10.00 mL 甲醇,混匀后振荡 20 min,于 3 000 r/min 离心 10 min,合并上清液,此时若出现混浊,需再离心 10 min,取上清液过 0.5 μm FH 滤膜,备用。

5.2 色谱条件

5.2.1 紫外检测器:检测波长 230 nm。

5.2.2 灵敏度:0.04 AUFS。

5.2.3 流动相:甲醇+0.043 mol/L 磷酸二氢钠(70+30),用磷酸调 pH=5(其中 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 水溶液需过 0.45 μm 滤膜)。

5.2.4 流速:1 mL/min。

5.2.5 进样量:20 μL 。

5.2.6 色谱柱:CLC-ODS- C_{18} (5 μ m)6.2 mm $\times$ 150 mm 不锈钢柱。

5.2.7 柱温:室温。

5.3 标准曲线绘制

称取 5 份(每份 5.0 g)绞碎的肉试样,放入 50 mL 具塞离心管中,分别加入不同浓度的标准液(6.0,12.0,18.0,24.0 μ g/mL)各 1.0 mL,同时做空白。其中甲醇总量为 20.00 mL,使其测定浓度为 0.00,0.30,0.60,0.90,1.20 μ g/mL,按 5.1 处理方法提取备用。

5.4 测定

分别取样 20 μ L,注入 HPLC 柱中,可测得不同浓度 DES 标准溶液峰高,以 DES 浓度对峰高绘制工作曲线,同时取样液 20 μ L,注入 HPLC 柱中,测得的峰高从工作曲线图中查相应含量, $R_t=8.235$ 。

5.5 计算

按下式计算:

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times \frac{V_2}{V_1}} \times \frac{1\,000}{1\,000 \times 1\,000}$$

式中:

X——试样中己烯雌酚含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A——进样体积中己烯雌酚含量,单位为纳克(ng);

m——试样的质量,单位为克(g);

V_2 ——进样体积,单位为微升(μ L);

V_1 ——试样甲醇提取液总体积,单位为毫升(mL)。

5.6 色谱图

色谱图见图 1。

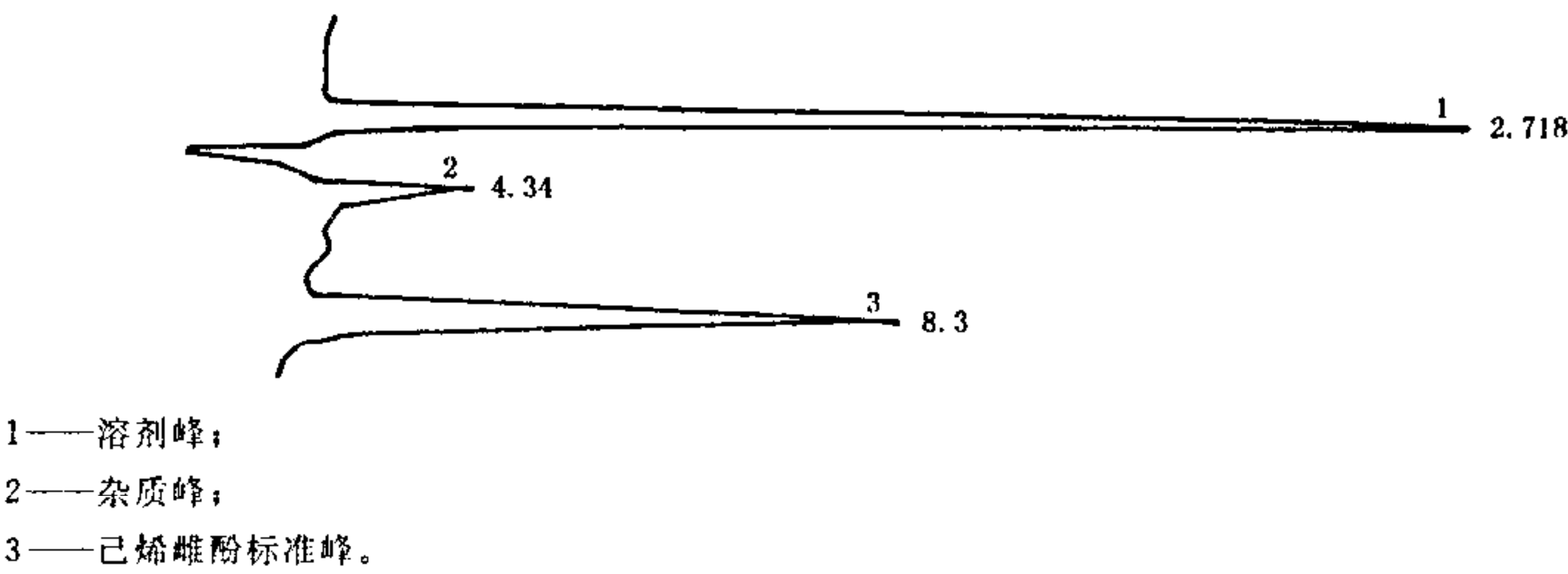


图 1