

# SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2160—2008

---

## 动物源食品中氢化泼尼松残留量检测方法 气相色谱-质谱/质谱法

Determination of prednisolone residues in animal food—  
GC-MS/MS method

2008-09-04 发布

2009-03-16 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中国检验检疫科学研究院负责起草。

本标准主要起草人：仲维科、丁罡斗、李翔、李礼、刘汉霞、张焱、孙毅之。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

# 动物源食品中氢化泼尼松残留量检测方法

## 气相色谱-质谱/质谱法

### 1 范围

本标准规定了动物源食品中氢化泼尼松残留量的检测方法。

本标准适用于动物源食品中氢化泼尼松残留量的检测。

### 2 测定方法

#### 2.1 方法提要

样品用乙腈提取,经 $C_{18}$ 固相萃取柱净化,净化后的氢化泼尼松在酸性条件下用 $K_2Cr_2O_7$ 快速氧化衍生,气相色谱-二级质谱法(GC-MS<sup>2</sup>)检测,外标法定量。

#### 2.2 试剂与材料

- 2.2.1 甲醇(色谱纯)。
- 2.2.2 乙腈(色谱纯)。
- 2.2.3 丙酮(色谱纯)。
- 2.2.4 正己烷(色谱纯)。
- 2.2.5 二氯甲烷(色谱纯)。
- 2.2.6 乙酸乙酯(色谱纯)。
- 2.2.7 乙醇(色谱纯)。
- 2.2.8 氢化泼尼松标准品(prednisolone, CAS#: 50-24-8, 分子式 $C_{21}H_{28}O_5$ ): 纯度 $\geq 99\%$ 。
- 2.2.9 氢化泼尼松标准储备溶液: 10 mg/L 无水甲醇。
- 2.2.10 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.6, 在 158 mL 乙酸钠溶液中加入 42 mL 乙酸)。
- 2.2.11 酸性 $K_2Cr_2O_7$ 溶液(取 18 mL 水, 加入 2 mL 浓硫酸, 再加 1.0 g $K_2Cr_2O_7$ )。
- 2.2.12 酶解汁(含 $\beta$ -葡萄糖醛苷酶和磺酯酶, 大于 $\geq 10\ 000\ 000\ \mu/g$ )。
- 2.2.13  $C_{18}$ 固相萃取柱(3 mL, 500 mg)。
- 2.2.14 碳酸氢钠溶液(10%)。

#### 2.3 仪器和设备

- 2.3.1 气相色谱-离子质谱(EI 源)。
- 2.3.2 氮吹仪。
- 2.3.3 高速离心机。
- 2.3.4 振荡器。
- 2.3.5 涡旋振荡器。
- 2.3.6 固相萃取装置。
- 2.3.7 超声清洗器。

#### 2.4 测定步骤

##### 2.4.1 提取

称取 10.00 g 组织样品(猪肉、猪肝和猪肾)于组织捣碎器中粉碎成浆状,置于 50 mL 离心管内,加入 15 mL pH4.6 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液,再加入 200  $\mu$ L 酶解汁,振荡 10 min、超声 15 min 后于 60  $^{\circ}$ C 水浴中加热 2 h。冷却后加入 20 mL 乙腈并振荡 30 min,以 7 500 r/min 离心分离 20 min,将上层乙腈