

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1826—2006

进出口动物源食品中 19-去甲睾酮残留 量的测定方法 气相色谱-质谱法

Determination of 19-Nortestosterone residues in foodstuff of
animal origin for import and export—
GC-MS

2006-11-10 发布

2007-05-16 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

前 言

本标准附录 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。

本标准由中华人民共和国上海出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：韩丽、李波、郭德华、杨景贤、杨惠琴、王敏。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口动物源食品中 19-去甲睾酮残留量的测定方法 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了进出口动物源食品中肝、肾和肌肉中 19-去甲睾酮残留量的测定方法。本标准适用于动物源食品中肝、肾和肌肉中 19-去甲睾酮残留量的测定。

2 测定方法

2.1 方法提要

动物组织中目标化合物在缓冲液中经酶水解后用甲醇提取,正己烷去脂,提取液经 C₁₈ 小柱净化,衍生化反应后,用气相色谱-质谱联用仪测定,外标法定量。

2.2 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

2.2.1 β-葡萄糖醛酸糖苷酶:100 IU/mL。

2.2.2 冰乙酸。

2.2.3 乙酸钠。

2.2.4 甲醇。

2.2.5 正己烷:优级纯。

2.2.6 乙醚。

2.2.7 氢氧化钠。

2.2.8 异辛烷:优级纯。

2.2.9 七氟丁酸酐。

2.2.10 1 mol/L 氢氧化钠溶液:溶解 40 g 氢氧化钠于 1 L 水中。

2.2.11 乙酸盐缓冲溶液(0.2 mol/L, pH=5.2±0.2):16.4 g 乙酸钠溶于 900 mL 水中,用冰乙酸调节 pH 值至 5.2±0.2,再用水定容到 1 L。

2.2.12 19-去甲睾酮标准品:纯度≥99%。

2.2.13 19-去甲睾酮标准溶液:准确称取适量的 19-去甲睾酮标准品,用甲醇配制成浓度为 100 μg/mL 标准储备溶液。根据需要再用甲醇将标准溶液稀释成适用浓度的标准工作液。

2.3 仪器和设备

2.3.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)。

2.3.2 高速匀质器。

2.3.3 离心机:4 000 r/min。

2.3.4 涡旋混合器。

2.3.5 旋转蒸发器。

2.3.6 C₁₈ 固相萃取小柱:500 mg,依次用 5 mL 甲醇和 5 mL 水活化,备用。

2.3.7 氮吹仪。

2.3.8 2 mL 带螺旋帽盖的衍生化小瓶(配聚四氟乙烯内衬密封垫)。

2.4 测定步骤

2.4.1 样品的制备

从所取全部动物组织样品中取出有代表性样品约 1 kg,充分绞碎,混匀,均分成两份,分别装入洁