



中华人民共和国国家标准

GB 31656.14—2022

食品安全国家标准 水产品中27种性激素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

National food safety standard—
Determination of 27 sex hormones residues in fishery products
by liquid chromatography-tandem mass spectrometric

2022-09-20 发布

2023-02-01 实施



中华人民共和国农业农村部
中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布
国家市场监督管理总局

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件系首次发布。

食品安全国家标准

水产品中 27 种性激素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了水产品中 27 种性激素残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于鱼、虾和蟹可食部分中己二烯雌酚、己烯雌酚、雌酮、己烷雌酚、雌二醇、雌三醇、炔雌醇、苯甲酸雌二醇、群勃龙、诺龙、雄烯二酮、勃地酮、睾酮、炔诺酮、美雄酮、甲基睾酮、康力龙、苯丙酸诺龙、丙酸睾酮、孕酮、 21α -羟基孕酮、 17α -羟基孕酮、甲羟孕酮、醋酸甲地孕酮、醋酸氯地孕酮、醋酸甲羟孕酮和左炔诺孕酮残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 30891—2014 水产品抽样规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中残留的性激素用乙酸乙酯-甲基叔丁基醚混合溶剂和乙酸乙酯依次提取，提取液经浓缩、 C_{18} 固相萃取柱净化，用液相色谱-串联质谱仪测定，内标法定量。

5 试剂与材料

以下所用的试剂，除特别注明外均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

- 5.1.1 甲醇(CH_3OH): 色谱纯。
- 5.1.2 正己烷(C_6H_{14}): 色谱纯。
- 5.1.3 甲基叔丁基醚($C_5H_{12}O$): 色谱纯。
- 5.1.4 乙酸乙酯($C_4H_8O_2$): 色谱纯。
- 5.1.5 冰乙酸(CH_3COOH)。
- 5.1.6 三水乙酸钠($C_2H_3NaO_2 \cdot 3H_2O$)。
- 5.1.7 氨水($NH_3 \cdot H_2O$)。

5.2 溶液配制

- 5.2.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: 取三水乙酸钠 21.5 g、冰乙酸 2.6 mL，加水适量使溶解并稀释至 500 mL，混匀。
- 5.2.2 0.02%氨水: 取氨水 100 μ L 于 500 mL 水中，混匀。临用前配制。
- 5.2.3 乙酸乙酯-甲基叔丁基醚溶液: 取乙酸乙酯和甲基叔丁基醚等体积混合。

5.3 标准品

- 5.3.1 性激素: 己二烯雌酚、己烯雌酚、雌酮、己烷雌酚、雌二醇、雌三醇、炔雌醇、苯甲酸雌二醇、群勃龙、