

ICS 67.120
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 21981—2008

GB/T 21981—2008

动物源食品中激素多残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of hormone multiresidues in foodstuffs of
animal origin—LC-MS/MS method

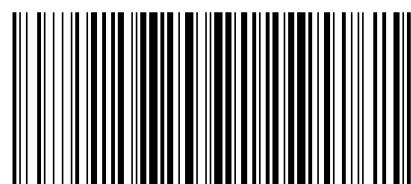
中华人民共和国
国家标准
动物源食品中激素多残留检测方法
液相色谱-质谱/质谱法
GB/T 21981—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 2 字数 53 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*
书号: 155066·1-32690 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 21981—2008

2008-06-06 发布

2008-07-03 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

表 G.2 (续)

化合物	添加水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	牛肉		牛奶		虾	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
地塞米松	0.4	93.4	11.5	92.5	10.4	88.6	9.2
	1.0	81.6	5.3	82.2	16.6	81.7	15.5
	2.0	85.6	10.3	98.3	13.2	93.1	9.4
乙酸氟氢 可的松	0.4	85.2	4.8	100.5	13.6	92.1	10.3
	1.0	88.1	5.6	84.9	16.2	96.2	11.6
	2.0	97.7	7.3	86.0	9.9	95.3	7.9
甲基泼 尼松龙	0.4	79.3	12.4	99.0	13.8	91.2	11.5
	1.0	87.3	11.7	85.7	10.7	82.3	5.5
	2.0	78.8	8.3	88.5	9.1	85.6	11.1
倍氯米松	0.4	96.9	6.6	86.7	13.2	77.8	8.3
	1.0	99.0	6.0	91.4	9.6	92.3	5.9
	2.0	98.5	9.6	87.2	4.7	89.2	3.4
曲安奈德	1.0	94.7	6.0	89.1	4.6	91.4	6.7
	2.0	88.6	8.3	83.6	6.8	86.5	7.9
	5.0	101.9	5.7	105.4	3.9	99.8	8.3
氟轻松	1.0	88.9	16.6	81.8	7.8	79.7	5.3
	2.0	88.2	11.1	87.9	7.9	86.8	8.6
	5.0	107.5	10.2	92.8	7.1	103.4	5.7
氟米龙	2.0	87.3	13.4	86.7	8.9	88.7	7.9
	5.0	87.8	7.3	85.2	9.6	81.8	4.7
	10.0	88.2	5.4	88.0	12.2	87.0	8.7
布地奈德	2.0	85.8	4.0	91.8	14.1	83.9	8.2
	5.0	80.4	12.6	88.6	15.3	91.6	9.9
	10.0	83.4	5.0	92.9	16.4	87.3	8.7
丙酸氯 倍他索	2.0	84.1	6.1	90.9	4.8	87.8	3.3
	5.0	88.5	7.9	84.6	6.9	81.5	4.9
	10.0	92.5	6.8	81.2	9.6	80.8	7.0
雌三醇	1.0	77.7	6.4	90.9	8.3	86.9	7.9
	2.0	86.3	7.3	89.5	11.4	83.3	11.3
	5.0	92.0	10.2	94.3	6.7	106.5	7.1
雌二醇	1.0	72.2	12.8	92.5	3.4	89.4	8.0
	2.0	93.7	11.1	60.3	10.0	84.4	12.5
	5.0	101.5	8.1	95.4	7.7	94.9	5.8

前 言

本标准附录 A 和附录 B 为规范性附录,附录 C、附录 D、附录 E、附录 F 和附录 G 均为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出。

本标准由中华人民共和国国家认证认可监督管理委员会归口。

本标准起草单位:北京市疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人:邵兵、杨奕、张晶、吴永宁、储晓刚。

表 G.2 (续)

化合物	添加水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	牛肉		牛奶		虾	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
表雄酮	0.4	87.8	8.4	89.1	15.7	88.2	11.1
	1.0	72.2	12.8	89.5	10.5	87.3	13.4
	2.0	93.7	11.1	88.9	13.6	87.8	7.3
康力龙	0.4	89.4	8.0	87.8	5.9	88.2	5.4
	1.0	84.4	12.5	89.2	6.9	85.8	4.0
	2.0	94.6	11.4	80.7	10.4	80.4	12.6
17 β -羟基雄烷-3-酮	2.0	85.1	4.2	94.0	11.6	85.8	22.0
	5.0	91.5	2.8	114.7	17.2	87.8	15.2
	10.0	85.9	16.8	100.1	10.1	83.1	13.3
美睾酮	2.0	103.0	8.1	77.9	10.0	83.3	11.0
	5.0	95.1	9.8	88.5	7.8	90.6	7.0
	10.0	93.2	9.0	89.6	5.6	90.0	7.7
达那唑	1.0	82.3	5.5	79.9	5.9	86.6	9.0
	2.0	89.6	4.6	85.4	6.8	85.6	7.2
	5.0	90.2	10.2	89.1	6.4	102.5	3.8
美雄诺龙	2.0	93.6	9.7	92.3	6.6	91.1	7.3
	5.0	96.3	8.2	96.4	6.0	84.5	9.6
	10.0	89.0	2.4	88.7	7.7	94.7	9.5
炔诺酮	1.0	74.1	10.8	77.2	7.1	78.8	7.3
	2.0	86.6	5.9	90.7	6.6	85.2	7.8
	5.0	88.0	7.0	92.3	6.8	91.1	10.5
21 α -羟基孕酮	0.4	83.3	5.0	88.2	8.6	88.3	6.2
	1.0	86.7	9.6	83.8	10.4	80.0	9.6
	2.0	95.3	6.8	86.6	10.5	86.3	10.0
17 α -羟基孕酮	0.4	89.9	8.3	87.8	13.2	87.1	11.4
	1.0	80.4	11.1	87.4	14.5	86.1	11.7
	2.0	90.8	14.3	91.5	15.4	83.9	7.9
甲基炔诺酮	2.0	92.2	6.3	89.0	5.0	89.6	3.9
	5.0	89.7	13.2	87.8	6.2	84.2	4.5
	10.0	90.9	20.7	77.4	8.6	76.4	11.6
甲羟孕酮	0.4	102.5	5.5	81.2	8.3	87.1	11.8
	1.0	92.0	3.2	105.0	9.7	105.1	6.6
	2.0	92.1	6.0	85.8	4.5	98.1	10.6

动物源食品中激素多残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中激素残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于猪肉、猪肝、鸡蛋、牛奶、牛肉、鸡肉和虾等动物源食品中 50 种激素(见附录 A)残留的确证和定量测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 方法提要

试样中的目标化合物经均质,酶解,用甲醇-水溶液提取,经固相萃取富集净化,液相色谱-质谱/质谱仪测定,内标法定量。

4 试剂和材料

除特殊注明外,本标准所用试剂均为色谱纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇。

4.2 二氯甲烷。

4.3 乙腈。

4.4 甲酸。

4.5 乙酸:分析纯。

4.6 乙酸钠($\text{NaAC} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$):分析纯。

4.7 β -葡萄糖醛酸酶/芳香基硫酸酯酶溶液(β -glucuronidase/arylsulfatase):4.5 U/mL β -葡萄糖醛酸酶,14 U/mL 芳香基硫酸酯酶。

4.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 5.2):称取 43.0 g 乙酸钠($\text{NaAC} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$),加入 22 mL 乙酸,用水溶解并定容到 1 000 mL,用乙酸调节 pH 到 5.2。

4.9 甲醇-水溶液(1+1,体积比):取 50 mL 甲醇和 50 mL 水混合。

4.10 二氯甲烷-甲醇溶液(7+3,体积比):取 70 mL 二氯甲烷和 30 mL 甲醇混合。

4.11 0.1%甲酸水溶液:精确量取甲酸 1 mL 加水稀释至 1 000 mL。

4.12 标准品:去甲雄烯二酮、群勃龙、勃地酮、氟甲睾酮、诺龙、雄烯二酮、睾酮、普拉雄酮、甲睾酮、异睾酮、表雄酮、康力龙、17 β -羟基雄烷-3-酮、美睾酮、达那唑、美雄诺龙、羟甲雄烯二酮、美雄醇、雌二醇、雌三醇、雌酮、炔雌醇、己烷雌酚、己烯雌酚、己二烯雌酚、炔诺酮、21 α -羟基孕酮、17 α -羟基孕酮、左炔诺孕酮、甲羟孕酮、乙酸甲地孕酮、孕酮、甲羟孕酮乙酸酯、乙酸氯地孕酮、曲安西龙、醛固酮、泼尼松、可的松、氢化可的松、泼尼松龙、氟米松、地塞米松、乙酸氟氢可的松、甲基泼尼松龙、倍氯米松、曲安奈德、氟轻松、氟米龙、布地奈德、丙酸氯倍他索,纯度均大于 97%。物质英文名称及 CAS 号见附录 A。