

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2677—2010

进出口动物源性食品中雄性 激素类药物残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of androgen residues in foodstuffs of
animal origin for import and export—LC-MS/MS method

2010-11-01 发布

2011-05-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中国检科院。

本标准主要起草人：林黎明、张鸿伟、陈亮珍、杜明、孟庆贺、岳振锋、彭涛、庞士平、包大勇。

进出口动物源性食品中雄性 激素类药物残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中7种雄性激素类药物残留量测定的制样、液相色谱-质谱/质谱测定和确证方法。

本标准适用于蜂蜜、牛奶、猪肾、猪肝和猪肉中去甲雄三烯醇酮、去氢睾酮、19-去甲睾酮、睾酮、脱氢表雄酮、雄烯二酮和表睾酮等七种雄性激素类药物残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

3 方法提要

试样经酶解，乙腈提取样品中七种雄性激素类药物残留，固相萃取柱净化，浓缩，液相色谱-质谱/质谱测定，内标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯；水为GB/T 6682规定的一级水。

- 4.1 乙腈，色谱级。
- 4.2 正己烷，色谱级。
- 4.3 丙酮，色谱级。
- 4.4 甲醇，色谱级。
- 4.5 正丙醇，色谱级。
- 4.6 β -葡萄糖苷硫酸酯酶（葡萄糖苷酶；117 800 unit/mL；硫酸酯酶；1 008 unit/mL）。
- 4.7 硅藻土。
- 4.8 丙酮-水溶液（20+80，体积比）：取丙酮（4.3）20 mL，水 80 mL，混合后振荡混匀。
- 4.9 乙腈饱和的正己烷溶液：取正己烷（4.2）200 mL于250 mL分液漏斗中，加入少量乙腈（4.1），剧烈振荡数分钟，静止分层后弃下层乙腈层即得。
- 4.10 乙腈-水溶液（10+90，体积比）：取乙腈（4.1）10 mL，水 90 mL，混合后振荡混匀。
- 4.11 固相萃取柱： C_{18} 柱，500 mg，6 mL或相当者，使用前用5 mL甲醇，5 mL水活化。
- 4.12 固相萃取柱： NH_2 柱，500 mg，6 mL或相当者，使用前用5 mL乙腈活化。
- 4.13 标准物质和内标：去甲雄三烯醇酮、去氢睾酮、19-去甲睾酮、睾酮、脱氢表雄酮、雄烯二酮、表睾酮