

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2222—2008

SN/T 2222—2008

进出口动物源性食品中糖皮质激素 类兽药残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

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

中华人民共和国出入境检验检疫
行业标准
进出口动物源性食品中糖皮质激素
类兽药残留量的检测方法
液相色谱-质谱/质谱法
SN/T 2222—2008

*

中国标准出版社出版
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

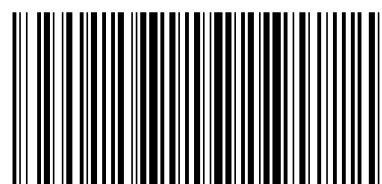
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 34 千字
2009年2月第一版 2009年2月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-19461 定价 13.00 元



SN/T 2222-2008

2008-11-18 发布

2009-06-01 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

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 和附录 C 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辽宁出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国黑龙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人:林维宣、谢文、康庆贺、孙兴权、肖珊珊、田苗、奚君阳、于灵。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

Annex B
(informative annex)
API 4000 LC-MS/MS conditions¹⁾

Instrumental settings:

- a) IS:4 500 V;
- b) GS1:262.01 kPa(38 psi);
- c) CUR:186.165 kPa(27 psi);
- d) GS2:310.275 kPa(45 psi);
- e) TEM:525 °C;
- f) CAD:34.475 kPa(5 psi);
- g) Transitions see table B. 1.

Table B. 1 Transitions, DP, CE and CXP and CE

Compound	Transitions m/z	DP/V	CE/V	CXP/V
Triamcinolone	395. 2/357. 1 ^a	65	19	10
	395. 2/225. 3		29	5
Prednisolone	361. 3/147. 0 ^a	61	35	7
	361. 3/325. 1		16	9
Hydrocortisone	363. 3/121. 0 ^a	90	40	5
	363. 3/309. 1		25	7
Prednisone	359. 2/147. 0 ^a	77	30	10
	359. 2/237. 1		38	
Dexamethasone	393. 2/355. 2 ^a	63	18	10
	393. 3/237. 2		28	12
Flumethasone	411. 3/253. 2 ^a	77	26	6
	411. 3/335. 2		18	9
Triamcinolone acetonide	435. 3/213. 1 ^a	62	39	10
	435. 3/225. 1		36	11

^a quantification.

1) Non-commercial statement: the equipments and their models involved in the standard method are not related to commercial motive. The analysts are encouraged to use different equipments and models.

**进出口动物源性食品中糖皮质激素
类兽药残留量的检测方法
液相色谱-质谱/质谱法**

1 范围

本标准规定了进出口动物源性食品中曲安西龙、泼尼松龙、氢化可的松、泼尼松、地塞米松、氟米松、曲安奈德残留量测定液相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于猪肉、猪肾中糖皮质激素类兽药残留量的检测和确证。

2 方法提要

样品先加入醋酸铵缓冲溶液和β-盐酸葡萄糖醛基-芳基硫酸酯酶水解,再用乙酸乙酯提取,提取液经HLB固相萃取小柱净化,液相色谱-质谱/质谱测定和确证,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

3.1 乙腈:高效液相色谱级。

3.2 正己烷:高效液相色谱级。

3.3 乙酸乙酯:高效液相色谱级。

3.4 甲醇:高效液相色谱级。

3.5 乙酸铵。

3.6 冰乙酸。

3.7 无水硫酸钠:650 °C灼烧4 h,在干燥器内冷却至室温,贮于密封瓶中备用。

3.8 β-盐酸葡萄糖醛基-芳基硫酸酯酶:含β-盐酸葡萄糖醛基-芳基硫酸酯酶134 600 U/mL,芳基硫酸酯酶5 200 U/mL。

3.9 甲醇-水(3+7,体积比):30 mL甲醇与70 mL水混合。甲醇-水(1+1,体积比)。

3.10 甲醇-水(5+5,体积比):50 mL甲醇与50 mL水混合。

3.11 0.02 mol/L醋酸铵缓冲溶液:溶解1.54 g醋酸铵于950 mL水中,用冰乙酸调节溶液pH值到5.2,最后用水稀释至1 L。

3.12 标准品纯度大于等于97%。标准品信息见附录A表A.1。

3.13 糖皮质激素标准储备溶液:称取适量标准品(3.12),用甲醇溶解配制成浓度为100 μg/mL的标准储备溶液,-18°C冷冻保存,有效期3个月。

3.14 标准工作溶液:根据需要用空白样品溶液将标准储备液稀释成地塞米松溶液浓度分别为1、2、4、6和8 ng/mL,泼尼松龙的溶液浓度(猪肉)分别为6、8、16、24和40 ng/mL,曲安西龙、氢化可的松、泼尼松、氟米松、曲安奈德混合溶液浓度分别为10、20、40、80和100 ng/mL。临用前现配。

3.15 无水硫酸钠柱:80 mm×40 mm(内径)筒形漏斗,底部垫5 mm脱脂棉,再装40 mm无水硫酸钠。

3.16 固相萃取柱:Oasis(HLB)500 mg,或相当者。

3.17 有机相微孔滤膜:0.45 μm。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱-质谱/质谱仪:配有电喷雾离子源。