

# 中华人民共和国国家标准

农业部 1068 号公告—3—2008

---

## 饲料中 10 种蛋白同化激素的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of ten kinds of anabolic androgenic steroids in feeds  
High performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

2008-07-25 发布

2008-07-25 实施

---

中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部畜牧业司提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心(北京)]、浙江省饲料监察所、北京市饲料监察所、上海市兽药饲料检测所。

本标准主要起草人：赵根龙、苏晓鸥、朱聪英、应永飞、苏淑清、韦敏珏、黄士新、索德成、邓程君、卢光菊、曹莹。

# 饲料中 10 种蛋白同化激素的测定

## 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了用高效液相色谱-串联质谱法测定配合饲料中大力补、甲基睾酮、丙酸睾酮、睾酮、诺龙、丙酸诺龙、勃地龙、群勃龙、脱氢异雄酮、黄体酮等 10 种蛋白同化激素含量的方法。

本标准适用于配合饲料中大力补等 10 种蛋白同化激素含量的测定。方法最低定量限为 0.05 mg/kg。

### 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 20195 动物饲料 试样的制备

### 3 方法提要

饲料样品中的蛋白同化激素以甲醇溶液超声提取，提取液离心后经  $C_{18}$  固相萃取柱净化，以甲醇洗脱，用高效液相色谱-串联质谱仪，电喷雾正离子方式进行测定。

### 4 试剂

除方法另有规定外，试剂均为分析纯，实验室用水符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 甲酸：色谱纯。

4.3 乙腈：色谱纯。

4.4 甲醇溶液 I：分别用量筒量取 300 mL 甲醇(4.1)和 700 mL 水，混匀。

4.5 甲醇溶液 II：分别用量筒量取 200 mL 甲醇(4.1)和 800 mL 水，混匀。

4.6 大力补、甲基睾酮、丙酸睾酮、睾酮、诺龙、丙酸诺龙、勃地龙、群勃龙、脱氢异雄酮、黄体酮等 10 种蛋白同化激素对照品：纯度 $\geq 98\%$ 。

4.7 蛋白同化激素贮备液配制：分别精密称取 10 种蛋白同化激素对照品至棕色容量瓶中，用甲醇配成 10 份浓度各约为 1 mg/mL 的标准贮备液， $-20^{\circ}\text{C}$  保存，有效期 6 个月。

4.8 混合对照品工作液：分别吸取一定量的 10 种蛋白同化激素类药物的贮备液(4.7)，置于棕色容量瓶中，用甲醇稀释成浓度为 1.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.00 ng/mL、50.00 ng/mL、100.00 ng/mL、500 ng/mL 的对照品工作液。 $-20^{\circ}\text{C}$  保存，有效期 1 个月。

4.9 固相萃取小柱： $C_{18}$  固相萃取柱，载体 200 mg；承载液体积 3 mL，或其他性能类似的小柱。

### 5 仪器和设备

5.1 实验室常用仪器、设备。