



中华人民共和国国家标准

GB/T 20758—2006

牛肝和牛肉中睾酮、表睾酮、 孕酮残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of testosterone, epi-testosterone and
progesterone residues in bovine liver and muscle tissues—
LC-MS-MS method

2006-12-31 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国质量监督检验检疫总局归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：庞国芳、林峰、林海丹、张美金、黄华军。

本标准系首次发布的国家标准。

牛肝和牛肉中睾酮、表睾酮、孕酮残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛肝和牛肉中睾酮、表睾酮和孕酮残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛肝和牛肉中睾酮、表睾酮、孕酮残留量的测定。

本标准的方法检出限：肝脏中睾酮、表睾酮、孕酮为 $0.5 \mu\text{g/kg}$ ，肌肉中睾酮、表睾酮为 $0.1 \mu\text{g/kg}$ ，孕酮为 $0.5 \mu\text{g/kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中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 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第1部分：总则与定义（GB/T 6379.1—2004, ISO 5725-1:1994, IDT）

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法（GB/T 6379.2—2004, ISO 5725-2:1994, IDT）

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 原理

牛肝和牛肉中的睾酮、表睾酮、孕酮药物残留经酶解后用甲醇叔丁基甲醚提取，提取液用 C_{18} 固相萃取柱净化，肝脏样品需再经硅胶固相萃取柱净化，洗脱液浓缩定容后，供液相色谱-串联质谱测定。

4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈：色谱纯。

4.2 甲醇：色谱纯。

4.3 叔丁基甲醚：色谱纯。

4.4 正己烷：色谱纯。

4.5 三氯甲烷。

4.6 甲酸铵。

4.7 β -葡萄糖苷酸酶和硫酸酯酶：H-2 型, helix pomatia。

4.8 磷酸盐缓冲液：1.0 mol/L。称取 13.6 g 磷酸二氢钾溶于 100 mL 水中，称取 8.7 g 磷酸氢二钾溶于 50 mL 水中，分别取 70 mL 磷酸二氢钾水溶液和 28 mL 磷酸氢二钾水溶液，混匀后调节 pH 值为 5.0，置 4°C 中可保存 1 周。

4.9 饱和氯化钠水溶液。

4.10 水饱和乙酸乙酯。

4.11 睾酮、表睾酮、孕酮标准物质：纯度 $\geq 99\%$ ；氘代睾酮（ d_5 -睾酮）、氘代孕酮（ d_9 -孕酮）内标标准物质：纯度 $\geq 98\%$ 。