



中华人民共和国国家标准

GB/T 20761—2006

牛尿中 α -群勃龙、 β -群勃龙、19-乙烯去甲睾酮和 epi-19-乙烯去甲睾酮残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for the determination of α -trenbolone, β -trenbolone, nortestosterone and epi-nortestosterone residues in bovine urine—
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国家质量监督检验检疫总局归口。

本标准负责起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：庞国芳、王凤池、郭春海、艾连峰。

本标准系首次发布的国家标准。

牛尿中 α -群勃龙、 β -群勃龙、19-乙炔去甲睾酮和 epi-19-乙炔去甲睾酮残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了牛尿中 α -群勃龙、 β -群勃龙、19-乙炔去甲睾酮和 epi-19-乙炔去甲睾酮残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于牛尿中 α -群勃龙、 β -群勃龙、19-乙炔去甲睾酮和 epi-19-乙炔去甲睾酮残留量的测定。

本标准的方法检出限：牛尿中 α -群勃龙、 β -群勃龙、19-乙炔去甲睾酮和 epi-19-乙炔去甲睾酮均为 2 $\mu\text{g/L}$ 。

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 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

试样在 pH=5.0 条件下加酶水解，经免疫亲和柱净化，用液相色谱-串联质谱测定，外标法定量。

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 甲醇：色谱纯。
- 4.2 乙腈：色谱纯。
- 4.3 乙酸：色谱纯。
- 4.4 β -葡萄糖苷酸酶和芳基硫酸酯（ β -glucuronidase and aryl sulfatase）：100 000 unit/mL。
- 4.5 氢氧化钠溶液：1 mol/L。10 g 氢氧化钠溶于 250 mL 水中。
- 4.6 盐酸溶液：1 mol/L。吸取 20.8 mL 浓盐酸溶于水中，定容至 250 mL。
- 4.7 免疫亲和柱淋洗缓冲储备液和柱贮存缓冲储备液：免疫亲和柱附带。
- 4.8 柱淋洗缓冲溶液：量取 1 mL 储备溶液与 19 mL 水混溶，临用前现配。
- 4.9 柱贮存缓冲溶液：量取 1 mL 储备溶液与 4 mL 水混溶，临用前现配。
- 4.10 甲醇+水溶液：70+30。
- 4.11 α -群勃龙、 β -群勃龙、19-乙炔去甲睾酮和 epi-19-乙炔去甲睾酮标准物质：纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.12 标准储备溶液：分别精确称取 α -群勃龙、 β -群勃龙、19-乙炔去甲睾酮和 epi-19-乙炔去甲睾酮标准物质（4.11）各 0.010 0 g，用乙腈（4.2）溶解并定容至 100 mL，配制成 100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液。此