



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22260—2008

---

## 饲料中甲基睾酮的测定 高效液相色谱串联质谱法

Determination of methyltestosterone in feeds—  
High performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

2008-08-01 发布

2008-11-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：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）〕。

本标准主要起草人：赵根龙、苏晓鸥、苏淑清、孙志文、索德成。

# 饲料中甲基睾酮的测定

## 高效液相色谱串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了以高效液相色谱串联质谱法(LC/MS/MS)测定饲料中甲基睾酮含量的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料中甲基睾酮的测定,配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料的定量限为 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 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 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

### 3 原理

饲料样品中的甲基睾酮以甲醇溶液超声提取,提取液离心后经  $\text{C}_{18}$  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 试剂和材料

除特殊注明外,本标准所用的试剂均为分析纯,水为蒸馏水,色谱用水符合 GB/T 6682 一级用水的规定。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 甲醇溶液 I:分别用量筒量取 500 mL 甲醇(4.1)和 500 mL 水,混匀。

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

4.4 甲基睾酮标准品:纯度 97%~103%。

4.5 甲基睾酮标准溶液

4.5.1 甲基睾酮标准储备液:准确称取甲基睾酮标准品(4.4)0.050 0 g,置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇(4.1)溶解并定容至刻度,摇匀,其浓度为 1 mg/mL,贮于 4  $^{\circ}\text{C}$ ~6  $^{\circ}\text{C}$  冰箱中,有效期三个月。

4.5.2 甲基睾酮标准工作液:准确吸取甲基睾酮标准储备液(4.5.1)5.00 mL,置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇(4.1)溶解并定容至刻度,摇匀,其浓度为 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。再以此稀释液配置 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100 ng/mL、10 ng/mL 的标准工作液。有效期一个月。

4.6  $\text{C}_{18}$  固相萃取柱:载体 60 mg;承载液体积 3 mL。

### 5 仪器

5.1 实验室常用仪器、设备。

5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.001 g 各一台。

5.3 超声水浴。

5.4 离心机:4 000 r/min~5 000 r/min。