



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21981—2008

---

## 动物源食品中激素多残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of hormone multiresidues in foodstuffs of  
animal origin—LC-MS/MS method

2008-06-06 发布

2008-07-03 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

本标准附录 A 和附录 B 为规范性附录,附录 C、附录 D、附录 E、附录 F 和附录 G 均为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出。

本标准由中华人民共和国国家认证认可监督管理委员会归口。

本标准起草单位:北京市疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人:邵兵、杨奕、张晶、吴永宁、储晓刚。

# 动物源食品中激素多残留检测方法

## 液相色谱-质谱/质谱法

### 1 范围

本标准规定了动物源食品中激素残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于猪肉、猪肝、鸡蛋、牛奶、牛肉、鸡肉和虾等动物源食品中 50 种激素(见附录 A)残留的确证和定量测定。

### 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)

### 3 方法提要

试样中的目标化合物经均质,酶解,用甲醇-水溶液提取,经固相萃取富集净化,液相色谱-质谱/质谱仪测定,内标法定量。

### 4 试剂和材料

除特殊注明外,本标准所用试剂均为色谱纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 甲醇。
- 4.2 二氯甲烷。
- 4.3 乙腈。
- 4.4 甲酸。
- 4.5 乙酸:分析纯。
- 4.6 乙酸钠( $\text{NaAC} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ):分析纯。
- 4.7  $\beta$ -葡萄糖醛酸酶/芳香基硫酸酯酶溶液( $\beta$ -glucuronidase/arylsulfatase): 4.5 U/mL  $\beta$ -葡萄糖醛酸酶, 14 U/mL 芳香基硫酸酯酶。
- 4.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 5.2):称取 43.0 g 乙酸钠( $\text{NaAC} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ),加入 22 mL 乙酸,用水溶解并定容到 1 000 mL,用乙酸调节 pH 到 5.2。
- 4.9 甲醇-水溶液(1+1,体积比):取 50 mL 甲醇和 50 mL 水混合。
- 4.10 二氯甲烷-甲醇溶液(7+3,体积比):取 70 mL 二氯甲烷和 30 mL 甲醇混合。
- 4.11 0.1%甲酸水溶液:精确量取甲酸 1 mL 加水稀释至 1 000 mL。
- 4.12 标准品:去甲雄烯二酮、群勃龙、勃地酮、氟甲睾酮、诺龙、雄烯二酮、睾酮、普拉雄酮、甲睾酮、异睾酮、表雄酮、康力龙、17 $\beta$ -羟基雄烷-3-酮、美睾酮、达那唑、美雄诺龙、羟甲雄烯二酮、美雄醇、雌二醇、雌三醇、雌酮、炔雌醇、己烷雌酚、己烯雌酚、己二烯雌酚、炔诺酮、21 $\alpha$ -羟基孕酮、17 $\alpha$ -羟基孕酮、左炔诺孕酮、甲羟孕酮、乙酸甲地孕酮、孕酮、甲羟孕酮乙酸酯、乙酸氯地孕酮、曲安西龙、醛固酮、泼尼松、可的松、氢化可的松、泼尼松龙、氟米松、地塞米松、乙酸氟氢可的松、甲基泼尼松龙、倍氯米松、曲安奈德、氟轻松、氟米龙、布地奈德、丙酸氟倍他索,纯度均大于 97%。物质英文名称及 CAS 号见附录 A。

4.13 同位素内标:炔诺孕酮-d<sub>6</sub>、孕酮-d<sub>9</sub>、甲地孕酮乙酸酯-d<sub>3</sub>、甲羟孕酮-d<sub>3</sub>、美仑孕酮-d<sub>3</sub>、炔诺酮-<sup>13</sup>C<sub>2</sub>、氯睾酮乙酸酯-d<sub>3</sub>、氯睾酮-d<sub>3</sub>、16β-羟基司坦唑醇-d<sub>3</sub>、甲睾酮-d<sub>3</sub>、勃地龙-d<sub>3</sub>、氢化可的松-d<sub>3</sub>、睾酮-<sup>13</sup>C<sub>2</sub>、雌酮-d<sub>2</sub>、雌二醇-<sup>13</sup>C<sub>2</sub>、己烯雌酚-d<sub>6</sub>、己二烯雌酚-d<sub>2</sub>、己烷雌酚-d<sub>4</sub>,物质英文名称见附录 B。

4.14 标准储备液:分别准确称取 10.0 mg 的标准品及内标于 10 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度制成 1.0 mg/mL 标准储备液,-18℃以下保存,标准储备液在 12 个月内稳定。

4.15 混合内标工作液:用甲醇将各标准储备溶液配制成浓度为 100 μg/L 的混合内标工作液。

4.16 混合标准工作液:根据需要,用甲醇-水溶液(4.9)将各标准储备溶液配制为适当浓度(0.5,1,2,5,10,20 和 40 μg/L,其中炔诺酮、表雄酮、布地奈德、17β-羟基雄烷-3-酮、氟米龙、氟甲睾酮为其他化合物浓度的 5 倍),标准工作溶液中含各内标浓度为 10 μg/L。

4.17 ENVI-Carb 固相萃取柱(500 mg,6 mL)或相当者,使用前依次用 6 mL 二氯甲烷-甲醇溶液(4.10)、6 mL 甲醇、6 mL 水活化。

4.18 氨基固相萃取柱(500 mg,6 mL),使用前用 6 mL 二氯甲烷-甲醇溶液(4.10)活化。

## 5 仪器

5.1 液相色谱-串联四极杆质谱仪:配有电喷雾离子源。

5.2 电子天平:感量为 0.000 1 g 和 0.01 g。

5.3 组织匀浆机。

5.4 涡旋混合器。

5.5 恒温振荡器。

5.6 超声清洗仪。

5.7 离心机:10 000 r/min。

5.8 固相萃取装置。

5.9 氮吹仪。

5.10 pH 计。

5.11 移液器。

## 6 试样制备

### 6.1 动物肌肉、肝脏、虾

从所取全部样品中取出有代表性样品约 500 g,剔除筋膜,虾去除头和壳。用组织捣碎机充分捣碎均匀,均分成两份,分别装入洁净容器中,密封,并标明标记,于-18℃以下冷冻存放。

### 6.2 牛奶

从所取全部样品中取出有代表性样品约 500 g,充分摇匀,均分成两份,分别装入洁净容器中,密封,并标明标记,于 0℃~4℃以下冷藏存放。

### 6.3 鸡蛋

从所取全部样品中取出有代表性样品约 500 g,去壳后用组织捣碎机充分搅拌均匀,均分成两份,分别装入洁净容器中,密封,并标明标记,于 0℃~4℃以下冷藏存放。

注:制样操作过程中应防止样品被污染或其中的残留物发生变化。

## 7 分析步骤

### 7.1 提取

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 具塞塑料离心管中,准确加入内标溶液(4.15)100 μL 和 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.8),涡旋混匀,再加入 β-葡萄糖醛酸酶/芳香基硫酸酯酶溶液 100 μL,于 37℃±1℃ 振荡酶解 12 h。取出冷却至室温,加入 25 mL 甲醇超声提取 30 min,0℃~4℃下

10 000 r/min离心 10 min。将上清液转入洁净烧杯,加水 100 mL,混匀后待净化。

## 7.2 净化

提取液(7.1)以 2 mL/min~3 mL/min 的速度上样于活化过的 ENVI-Carb 固相萃取柱(4.17)。将小柱减压抽干。再将活化好的氨基柱串接在 ENVI-Carb 固相萃取柱下方。用 6 mL 二氯甲烷-甲醇溶液(4.10)洗脱并收集洗脱液,取下 ENVI-Carb 小柱,再用 2 mL 二氯甲烷-甲醇溶液(4.10)洗氨基柱,洗脱液在微弱的氮气流下吹干,用 1 mL 甲醇-水溶液(4.9)溶解残渣,供仪器测定。

## 8 测定

### 8.1 雄激素、孕激素、皮质醇激素测定

#### 8.1.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱:ACQUITY UPLC™ BEH C<sub>18</sub>柱,2.1 mm(内径)×100 mm, 1.7 μm,或相当者。
- b) 流动相:A,0.1%甲酸水溶液(4.11);B,甲醇。梯度淋洗,参考梯度条件参见表 C.1。
- c) 流速:0.3 mL/min。
- d) 柱温:40℃。
- e) 进样量:10 μL。

#### 8.1.2 雄激素、孕激素测定参考质谱条件

- a) 电离源:电喷雾正离子模式。
- b) 毛细管电压:3.5 kV。
- c) 源温度:100℃。
- d) 脱溶剂气温度:450℃。
- e) 脱溶剂气流量:700 L/h。
- f) 碰撞室压力:0.31 Pa( $3.1 \times 10^{-3}$  mbar)。
- g) 雄激素、孕激素的特征离子参见表 D.1 和表 D.2。

#### 8.1.3 皮质醇激素测定参考质谱条件

- a) 电离源:电喷雾负离子模式。
- b) 毛细管电压:3.0 kV。
- c) 源温度:100℃。
- d) 脱溶剂气温度:450℃。
- e) 脱溶剂气流量:700 L/h。
- f) 碰撞室压力:0.31 Pa( $3.1 \times 10^{-3}$  mbar)。
- g) 皮质醇激素的特征离子参见表 D.3。

### 8.2 雌激素测定

#### 8.2.1 雌激素测定液相色谱条件

- a) 色谱柱:ACQUITY UPLC™ BEH C<sub>18</sub>柱,2.1 mm(内径)×100 mm, 1.7 μm,或相当者。
- b) 流动相:A,水;B,乙腈。梯度洗脱,参考梯度条件参见表 C.2。
- c) 流速:0.3 mL/min。
- d) 柱温:40℃。
- e) 进样量:10 μL。

#### 8.2.2 雌激素测定质谱条件

- a) 电离源:电喷雾负离子模式。
- b) 毛细管电压:3.0 kV。
- c) 源温度:100℃。
- d) 脱溶剂气温度:450℃。

- e) 脱溶剂气流量:700 L/h。
- f) 碰撞室压力:0.31 Pa( $3.1 \times 10^{-3}$  mbar)。
- g) 雌激素的特征离子参见表 D.4。

9 定性

各测定目标化合物的定性以保留时间和与两对离子(特征离子对/定量离子对)所对应的 LC-MS/MS 色谱峰相对丰度进行。要求被测试样中目标化合物的保留时间与标准溶液中目标化合物的保留时间一致,同时被测试样中目标化合物的两对离子对应的 LC-MS/MS 色谱峰丰度比与标准溶液中目标化合物的色谱峰丰度比一致,允许的偏差见表 1。

表 1 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%至 50%	>10%至 20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

10 定量

本标准采用内标法定量。各物质对应内标见表 A.1。

每次测定前配制标准系列(4.14),按浓度由小到大的顺序,依次上机测定,得到目标物浓度与峰面积比的工作曲线。标准溶液的液相色谱-质谱/质谱多反应监测(MRM)色谱图参见图 E.1。

11 计算

按式(1)计算试样中检测目标物残留量( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ):

$$X_i = \frac{c_{si} \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $X_i$ ——试样中检测目标化合物残留量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );
- $c_{si}$ ——由回归曲线计算得到的上机试样溶液中目标化合物含量,单位为微克每升( $\mu\text{g}/\text{L}$ );
- $V$ ——浓缩至干后试样的定容体积,单位为毫升(mL);
- $m$ ——试样的质量,单位为克(g)。

12 测定低限和回收率

按能够准确确认的目标化合物浓度来估计各目标化合物在不同样品基质的检出限,样品基质、取样量、进样量、色谱分离状况、电噪声水平以及仪器灵敏度均可能对样品检出限造成影响,因此噪声水平应从实际样品谱图中获取。当某目标化合物的结果报告未检出时应同时报告样品检出限。

采用上述方法,50 种激素在不同基质中的测定低限为  $0.4 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 2.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ (参见表 F.1)。各化合物的加标回收率在 75.2%~121.8%之间,相对标准偏差为 2.4%~20.8%(参见表 G.1 和表 G.2)。

附录 A  
(规范性附录)

50 种激素物质的英文名称、CAS 号及对应的内标物质

表 A.1 50 种激素物质的英文名称、CAS 号及对应的内标物质

化 合 物	英 文 名	CAS 号	内 标 物 质
去甲雄烯二酮	19-nor-4-androstene-3,17-dione	734-32-7	勃地酮-d <sub>3</sub>
群勃龙	trenbolone	10161-33-8	勃地酮-d <sub>3</sub>
勃地酮	boldenone	846-48-0	勃地酮-d <sub>3</sub>
氟甲睾酮	fluoxymesterone	76-43-7	勃地酮-d <sub>3</sub>
诺龙	nandrolone	434-22-0	勃地酮-d <sub>3</sub>
雄烯二酮	4-androstene-3,17-dione	734-32-7	睾酮- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
美雄酮	methandrostenolone	72-63-9	睾酮- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
睾酮	testosterone	58-22-0	睾酮- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
普拉雄酮	dehydroepiandrosterone	53-43-0	睾酮- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
甲睾酮	methyltestosterone	5858-18-4	甲睾酮-d <sub>3</sub>
异睾酮	testostrone	—	睾酮- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
美雄醇	methylandrostenediol	521-10-8	甲睾酮-d <sub>3</sub>
表雄酮	epiandrosterone	481-29-8	甲睾酮-d <sub>3</sub>
康力龙	stanozolol	10418-03-8	16β-羟基司坦唑醇-d <sub>3</sub>
17β-羟基雄烷-3-酮	5α-androstan-17β-ol-3-one	521-18-6	氯睾酮-d <sub>3</sub>
美睾酮	mesterolone	1424-00-6	氯睾酮-d <sub>3</sub>
达那唑	danazol	17230-88-5	氯睾酮乙酸酯-d <sub>3</sub>
美雄诺龙	mestanolone	521-11-9	氯睾酮乙酸酯-d <sub>3</sub>
炔诺酮	19-norethindrone	68-22-4	炔诺酮- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
21α-羟基孕酮	21α-hydroxyprogesterone	64-85-7	美仑孕酮-d <sub>3</sub>
17α-羟基孕酮	17α-hydroxyprogesterone	68-96-2	美仑孕酮-d <sub>3</sub>
甲基炔酮	D(-)-norgestrel	797-63-7	炔诺孕酮-d <sub>6</sub>
甲羟孕酮	medroxyprogesterone	520-85-4	甲羟孕酮-d <sub>3</sub>
乙酸甲地孕酮	megestrol acetate	595-33-5	甲地孕酮乙酸酯-d <sub>3</sub>
乙酸氯地孕酮	chlormadinone acetate	302-22-7	甲地孕酮乙酸酯-d <sub>3</sub>
孕酮	progesterone	57-83-0	孕酮-d <sub>9</sub>
甲羟孕酮乙酸酯	medroxyprogesterone	71-58-9	甲地孕酮乙酸酯-d <sub>3</sub>
曲安西龙	triamcinolone	124-94-7	氢化可的松-d <sub>3</sub>
醛固酮	aldosterone	52-39-1	氢化可的松-d <sub>3</sub>
泼尼松	prednisone	53-03-2	氢化可的松-d <sub>3</sub>
可的松	cortisone	53-06-5	氢化可的松-d <sub>3</sub>

表 A.1 (续)

化 合 物	英 文 名	CAS号	内 标 物 质
氢化可的松	cortisol	50-23-7	氢化可的松-d <sub>3</sub>
泼尼松龙	prednisolone	50-24-8	氢化可的松-d <sub>3</sub>
氟米松	flumethasone	2135-17-3	氢化可的松-d <sub>3</sub>
地塞米松	dexamethasone	50-02-2	氢化可的松-d <sub>3</sub>
乙酸氟氢可的松	fludro cortisone acetate	514-36-3	氢化可的松-d <sub>3</sub>
甲基泼尼松龙	methylprednisolone	83-43-2	氢化可的松-d <sub>3</sub>
倍氯米松	beclomethasone	4419-39-0	氢化可的松-d <sub>3</sub>
曲安奈德	triamcinolone acetonide	76-25-5	氢化可的松-d <sub>3</sub>
氟轻松	fluocinolone acetonide	67-73-2	氢化可的松-d <sub>3</sub>
氟米龙	fluormetholone	426-13-1	氢化可的松-d <sub>3</sub>
布地奈德	budesonide	51333-22-3	氢化可的松-d <sub>3</sub>
丙酸氟倍他索	clobetasol propionate	25122-46-7	氢化可的松-d <sub>3</sub>
雌三醇	estradiol	50-27-1	雌二醇- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
雌二醇	estriol	50-28-2	雌二醇- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
炔雌醇	ethinylestradiol	57-63-6	雌酮-d <sub>2</sub>
雌酮	estrone	53-16-7	雌酮-d <sub>2</sub>
己烯雌酚	diethylstilbestrol	6898-97-1	己烯雌酚-d <sub>6</sub>
己烷雌酚	hexestrol	84-16-2	己二烯雌酚-d <sub>2</sub>
己二烯雌酚	dienestrol	84-17-3	己烷雌酚-d <sub>4</sub>



附 录 B  
(规范性附录)  
18 种内标物质的英文名称

表 B.1 18 种内标物质的英文名称

化 合 物	英 文 名
炔诺孕酮-d <sub>6</sub>	norgestrel-d <sub>6</sub>
孕酮-d <sub>9</sub>	progesterone-d <sub>9</sub>
甲地孕酮乙酸酯-d <sub>3</sub>	megestrol-d <sub>3</sub> acetate
甲羟孕酮-d <sub>3</sub>	medroxyprogesterone-d <sub>3</sub>
美仑孕酮-d <sub>3</sub>	melengestrol-d <sub>3</sub>
炔诺酮- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>	northindrone-ethynyl- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
氯睾酮乙酸酯-d <sub>3</sub>	chlortestosterone acetate-d <sub>3</sub>
氯睾酮-d <sub>3</sub>	chlortestosterone-d <sub>3</sub>
16β-羟基司坦唑醇-d <sub>3</sub>	16β-hydroxy-stanozolol-d <sub>3</sub>
甲睾酮-d <sub>3</sub>	methyltestosterone-d <sub>3</sub>
勃地酮-d <sub>3</sub>	17β-boldenone-d <sub>3</sub>
氢化可的松-d <sub>3</sub>	cortisol-d <sub>3</sub>
睾酮- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>	testosterone-3,4- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
雌酮-d <sub>2</sub>	estrone-2,4-d <sub>2</sub>
雌二醇- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>	estradiol-3,4- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
己烯雌酚-d <sub>6</sub>	diethylstilbestrol-d <sub>6</sub>
己二烯雌酚-d <sub>2</sub>	dienestrol-d <sub>2</sub>
己烷雌酚-d <sub>4</sub>	hexestrol-d <sub>4</sub>

**附录 C**  
(资料性附录)  
**参考液相色谱条件**

**表 C.1 雄激素、孕激素、皮质醇激素参考液相色谱条件**

时间/min	A/%	B/%
0	50	50
8	36	64
11	16	84
12.5	0	100
14.5	0	100
15	50	50
17	50	50

**表 C.2 雌激素参考液相色谱条件**

时间/min	A/%	B/%
0	65	35
4	50	50
4.5	0	100
5.5	0	100
5.6	65	35
9	65	35

附 录 D  
(资料性附录)  
参考质谱条件<sup>1)</sup>

表 D.1 雄激素参考质谱条件

化合物	保留时间/ min	母离子 (m/z)	锥孔电压/ V	子离子 (m/z)	碰撞能量/ eV
去甲雄烯二酮	4.28	273.4	42	108.9 <sup>a</sup>	25
				197.3	18
群勃龙	4.41	271.4	33	253.3 <sup>a</sup>	18
				199.3	24
勃地酮	4.80	287.6	22	121.0 <sup>a</sup>	22
				135	15
氟甲睾酮	4.87	337.7	33	241.0 <sup>a</sup>	22
				131.0	30
诺龙	5.18	275.6	35	109.1 <sup>a</sup>	26
				257.4	15
雄烯二酮	5.25	287.6	25	96.9 <sup>a</sup>	20
				108.9	23
美雄酮	5.58	301.0	22	149.0 <sup>a</sup>	15
				121.0	26
睾酮	6.22	289.4	38	97.1 <sup>a</sup>	22
				109.1	20
普拉雄酮	6.92	289.5	13	271.0 <sup>a</sup>	10
				253.1	10
甲睾酮	7.35	303.5	20	109.1 <sup>a</sup>	27
				97.1	25
异睾酮	7.40	289.3	30	187.0 <sup>a</sup>	18
				205.1	15
美雄醇	7.60	287.4	16	269.1 <sup>a</sup>	11
				159.1	21
表雄酮	7.86	291.4	15	273.5 <sup>a</sup>	16
				255.2	8
康力龙	8.29	329.5	60	81.1 <sup>a</sup>	42
				91.1	40
17 $\beta$ -羟基雄烷-3-酮	8.32	291.5	25	159.1 <sup>a</sup>	20
				255.1	15
美睾酮	9.25	305.7	35	269.3 <sup>a</sup>	16
				173.1	20

1) 非商业性声明:附录 D 所列参考质谱条件是在 Micromass-Quattro Premier XE 质谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅为提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家或型号的仪器。

表 D.1 (续)

化合物	保留时间/ min	母离子 (m/z)	锥孔电压/ V	子离子 (m/z)	碰撞能量/ eV
达那唑	10.37	338.7	33	120.0 <sup>a</sup>	29
				148.0	25
美雄诺龙	9.60	305.6	33	269.0 <sup>a</sup>	16
				229.2	19
氯睾酮乙酸酯-d <sub>3</sub>	11.51	368.4	35	143 <sup>a</sup>	24
氯睾酮-d <sub>3</sub>	8.03	326.3	35	142.8 <sup>a</sup>	23
16β-羟基司坦唑醇-d <sub>3</sub>	4.41	348.4	52	81 <sup>a</sup>	30
甲睾酮-d <sub>3</sub>	7.26	306.4	24	109 <sup>a</sup>	26
勃地酮-d <sub>3</sub>	4.76	290.1	22	121 <sup>a</sup>	22
睾酮- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>	6.20	291.4	38	111.2 <sup>a</sup>	22
注:对不同质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应将质谱参数优化到最佳。					
<sup>a</sup> 为定量离子。					

表 D.2 孕激素参考质谱条件

化合物	保留时间/ min	母离子 (m/z)	锥孔电压/ V	子离子 (m/z)	碰撞能量/ eV
炔诺酮	5.39	299.3	35	109.1 <sup>a</sup>	27
				231.4	17
21α-羟基孕酮	5.89	331.5	35	96.9 <sup>a</sup>	21
				108.9	21
17α-羟基孕酮	6.75	331.5	35	96.9 <sup>a</sup>	22
				108.9	22
甲基炔诺酮	7.20	313.4	38	108.9 <sup>a</sup>	26
				245.4	20
甲羟孕酮	8.71	345.5	35	123.0 <sup>a</sup>	24
				97.0	24
乙酸甲地孕酮	8.99	385.5	30	267.3 <sup>a</sup>	16
				325.6	16
乙酸氯地孕酮	9.25	405.4	28	345.6 <sup>a</sup>	12
				309.6	16
孕酮	9.57	315.5	35	97.0 <sup>a</sup>	20
				297.5	35
甲羟孕酮乙酸酯	9.45	387.5	30	327.3 <sup>a</sup>	16
				285.4	16
炔诺孕酮-d <sub>6</sub>	7.11	319.4	35	251.4 <sup>a</sup>	21
孕酮-d <sub>9</sub>	9.45	324.6	35	100 <sup>a</sup>	20
甲地孕酮乙酸酯-d <sub>3</sub>	8.94	388.4	30	270.7 <sup>a</sup>	18
甲羟孕酮-d <sub>3</sub>	8.65	348.5	35	126.1 <sup>a</sup>	24
美仑孕酮-d <sub>3</sub>	7.11	358.5	36	282.1 <sup>a</sup>	23
炔诺酮- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>	5.36	301.5	35	231.5 <sup>a</sup>	25
注:对不同质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应将质谱参数优化到最佳。					
<sup>a</sup> 为定量离子。					

表 D.3 皮质醇激素参考质谱条件

化合物	保留时间/ min	母离子 (m/z)	锥孔电压/ kV	子离子 (m/z)	碰撞能量/ eV
曲安西龙	1.32	439.3	25	363.0 <sup>a</sup> 329.9	14 10
醛固酮	2.17	405.3	26	359.3 <sup>a</sup> 331.4	10 22
泼尼松	2.36	403.7	18	327.5 <sup>a</sup> 357.2	14 9
可的松	2.49	405.6	19	329.5 <sup>a</sup> 359.4	16 16
氢化可的松	2.92	407.5	25	331.5 <sup>a</sup> 361.7	16 13
泼尼松龙	2.92	405.4	26	329.5 <sup>a</sup> 359.4	26 16
氟米松	3.62	455.4	22	379.7 <sup>a</sup> 409.2	18 12
地塞米松	3.96	437.4	30	361.5 <sup>a</sup> 391.3	16 12
乙酸氟氢可的松	4.08	467.4	20	421.2 <sup>a</sup> 349.0	12 24
甲基泼尼松龙	4.24	419.7	20	343.6 <sup>a</sup> 373.3	19 12
倍氟米松	4.24	453.3	20	377.3 <sup>a</sup> 407.3	15 12
曲安奈德	4.21	479.4	25	413.3 <sup>a</sup> 337.6	25 19
氟轻松	4.32	497.4	25	431.5 <sup>a</sup> 355.4	20 20
氟米龙	4.70	421.4	20	355.4 <sup>a</sup> 254.6	16 25
布地奈德	7.71	475.1	22	357.3 <sup>a</sup> 339.3	14 18
丙酸氯倍他索	8.99	511.4	25	465.4 <sup>a</sup> 429.4	13 18
氢化可的松-d <sub>3</sub>	2.94	410.5	25	334.5 <sup>a</sup>	16

注:对不同质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应将质谱参数优化到最佳。

<sup>a</sup> 为定量离子。

表 D.4 雌激素参考质谱条件

化合物	保留时间/ min	母离子 (m/z)	锥孔电压/ V	子离子 (m/z)	碰撞能量/ eV
雌三醇	1.39	287.3	56	145.2 <sup>a</sup> 171.1	44 47
雌二醇	3.27	271.4	45	183.1 <sup>a</sup> 145.2	40 45
炔雌醇	3.89	295.4	45	145.2 <sup>a</sup> 159.2	41 35
雌酮	4.13	269.4	49	145.2 <sup>a</sup> 159.2	41 41
己烯雌酚	4.68	267.3	43	251.3 <sup>a</sup> 237.3	25 28
己烷雌酚	4.97	269.5	30	133.9 <sup>a</sup> 119.1	16 40
己二烯雌酚	4.95	265.2	40	92.9 <sup>a</sup> 171.2	25 25
雌酮-d <sub>2</sub>	4.11	271.4	49	147.2 <sup>a</sup>	41
雌二醇- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>	3.28	273.2	45	147.1 <sup>a</sup>	40
己烯雌酚-d <sub>6</sub>	4.65	273.3	30	136.1 <sup>a</sup>	25
己二烯雌酚-d <sub>2</sub>	4.95	267.3	43	92.8 <sup>a</sup>	25
己烷雌酚-d <sub>4</sub>	4.95	273.3	30	136.1 <sup>a</sup>	20
注:对不同质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应将质谱参数优化到最佳。					
<sup>a</sup> 为定量离子。					

附录 E  
(资料性附录)  
标准物质的 MRM 谱图

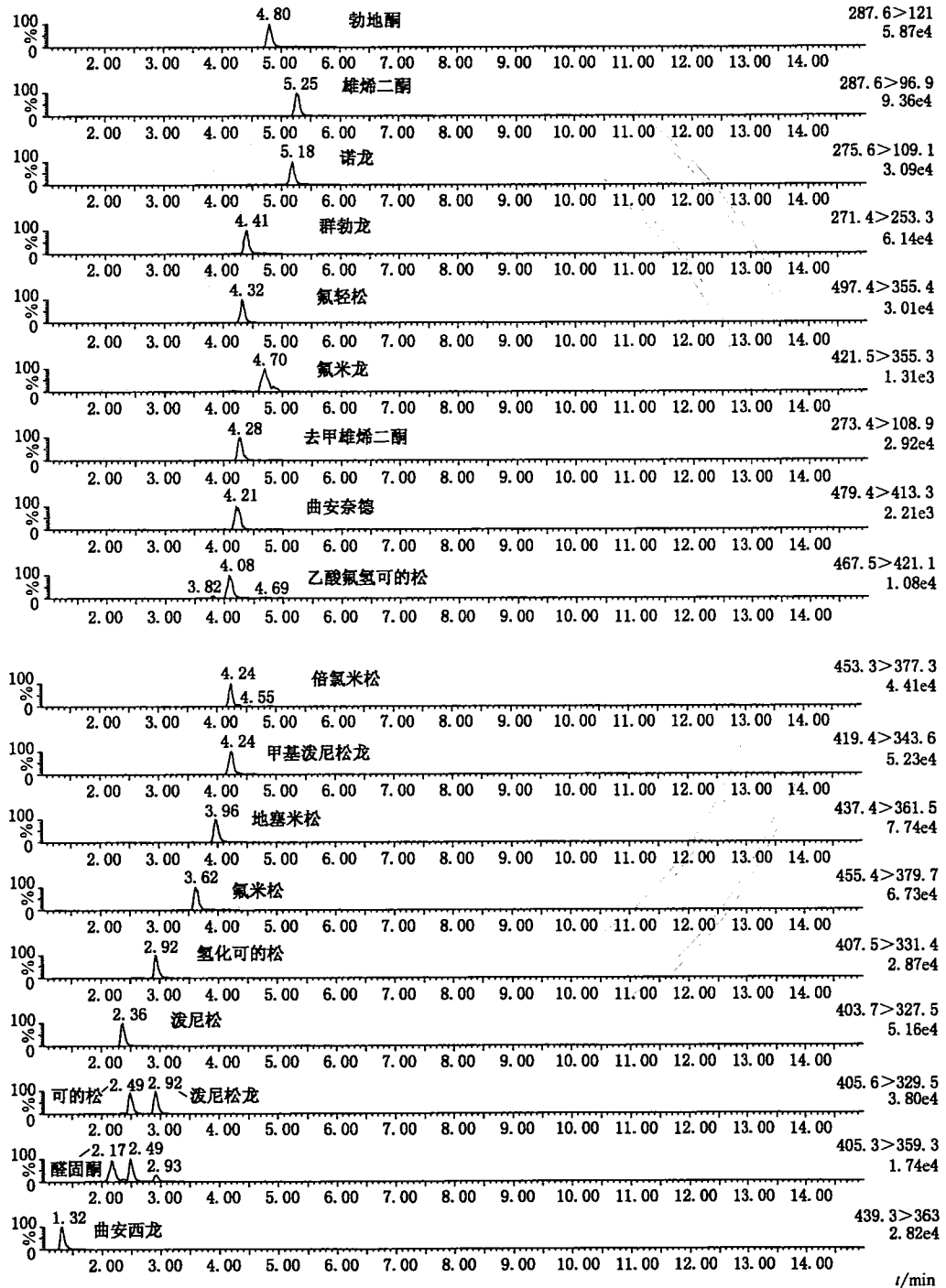


图 E.1 激素混合标准溶液多反应监测(MRM)色谱图

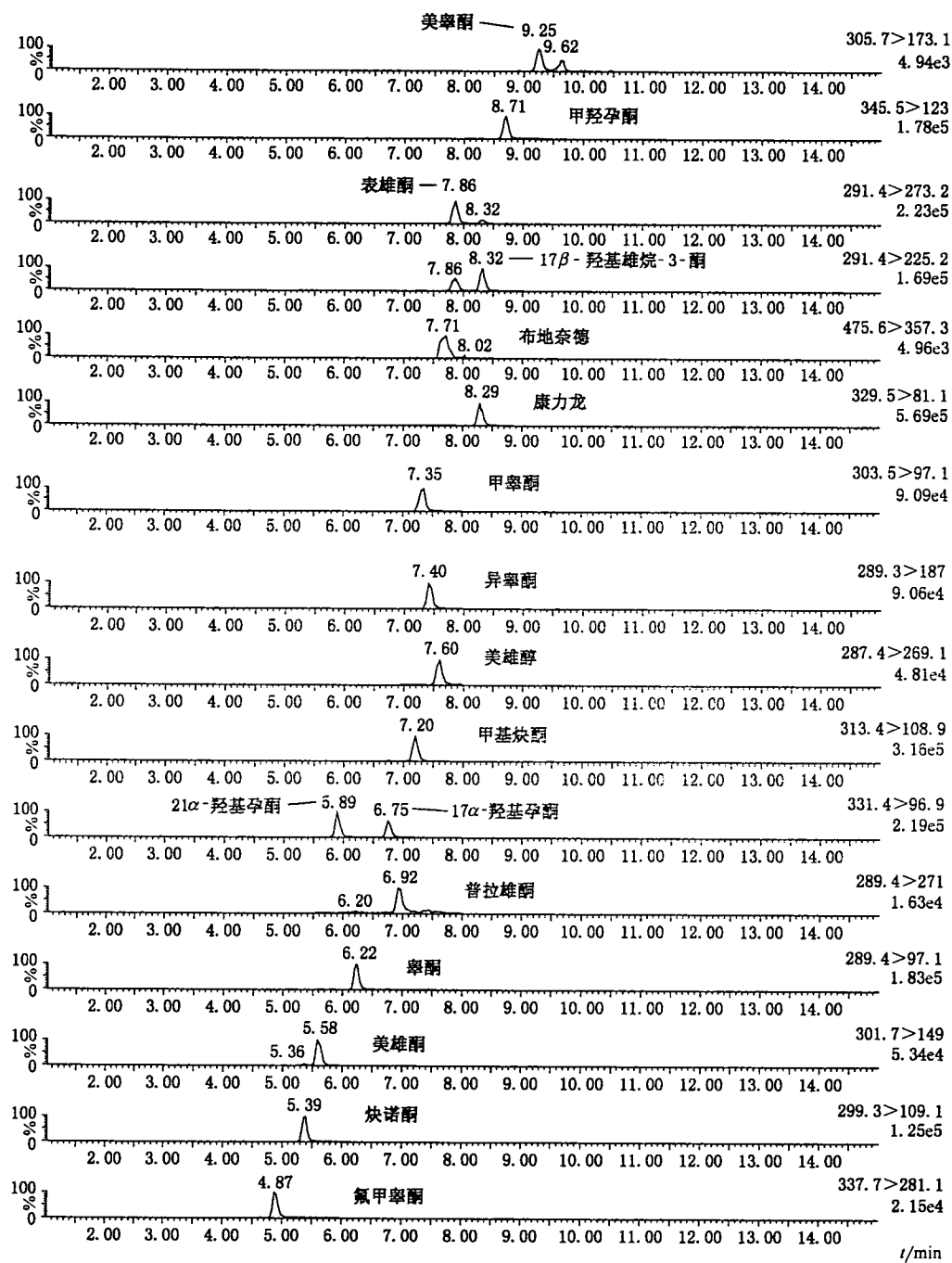


图 E. 1 (续)



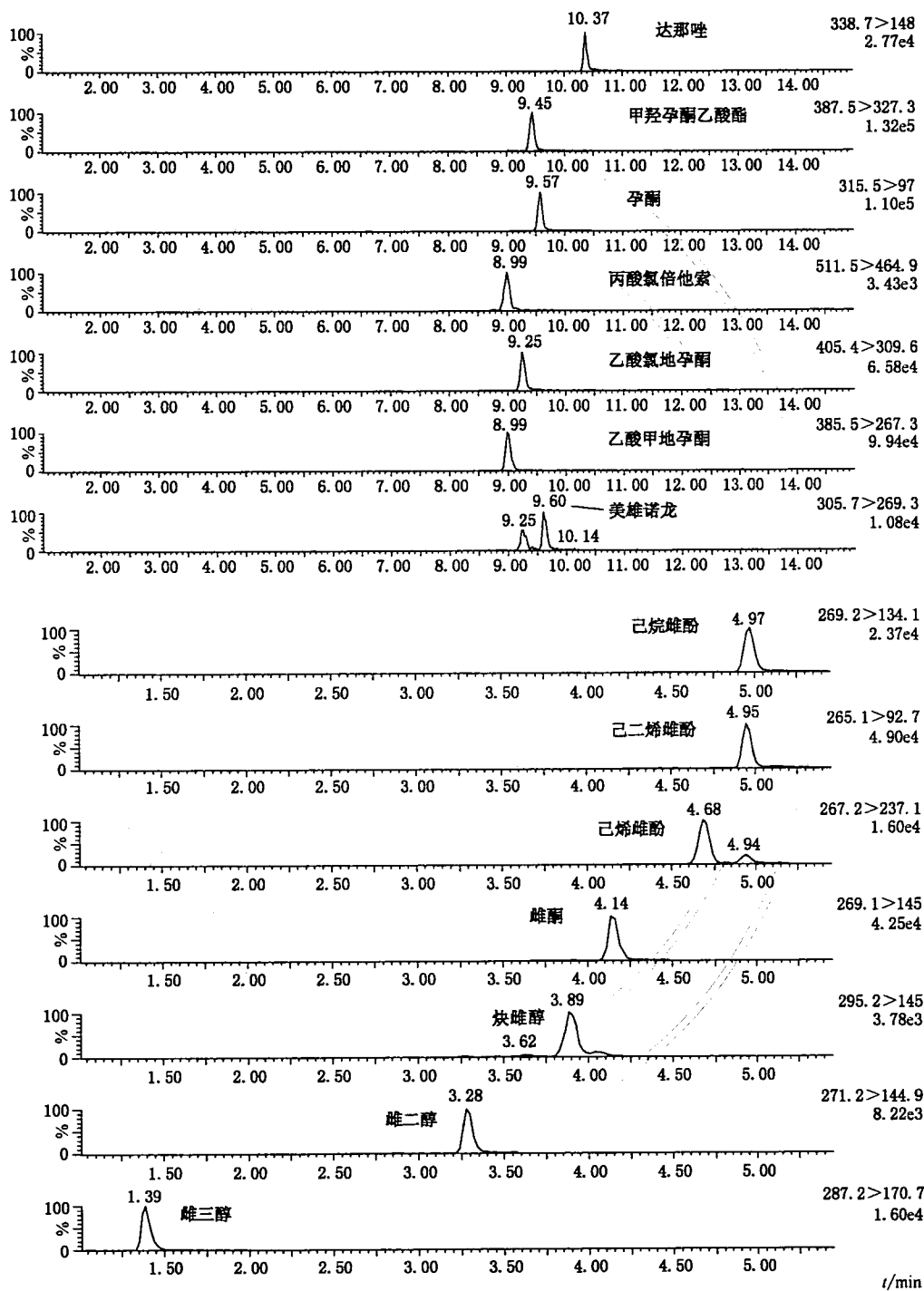


图 E.1 (续)

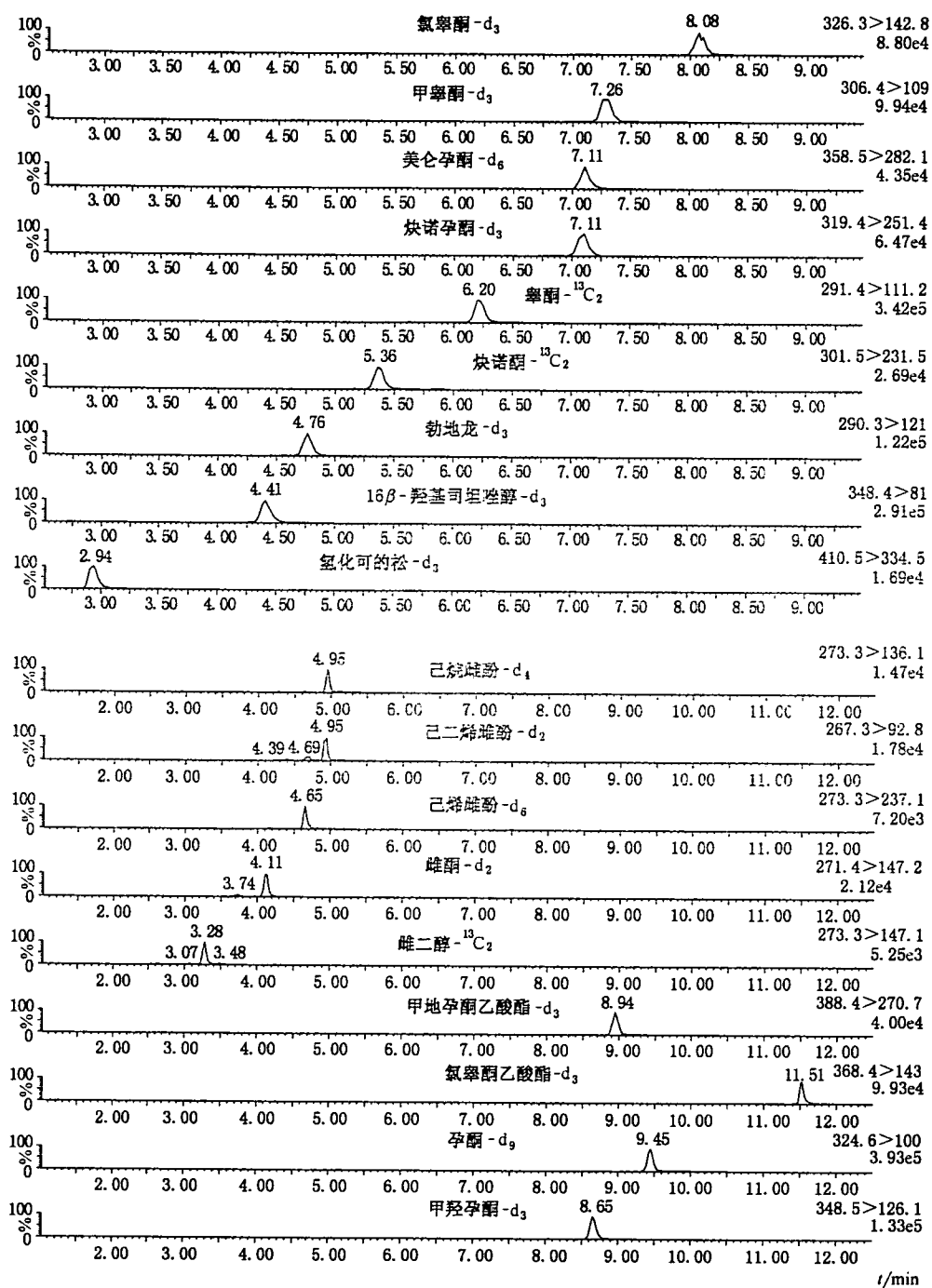


图 E.1 (续)

附 录 F  
(资料性附录)  
50 种激素的测定低限

表 F.1 50 种激素的测定低限(LOQ)

化 合 物	LOQ/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	化 合 物	LOQ/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
去甲雄烯二酮	1.0	孕酮	0.4
群勃龙	1.0	甲羟孕酮乙酸酯	1.0
宝丹酮	2.0	曲安西龙	0.4
氟甲睾酮	2.0	醛固酮	1.0
诺龙	1.0	泼尼松	0.4
雄烯二酮	0.4	可的松	0.4
美雄酮	1.0	氢化可的松	0.4
睾酮	0.4	泼尼松龙	0.4
普拉雄酮	2.0	氟米松	0.4
甲睾酮	0.4	地塞米松	0.4
异睾酮	1.0	乙酸氟氢可的松	1.0
美雄醇	2.0	甲基泼尼松龙	0.4
表雄酮	0.4	倍氯米松	0.4
康力龙	0.4	曲安奈德	1.0
17 $\beta$ -羟基雄烷-3-酮	2.0	氟轻松	1.0
美睾酮	2.0	氟米龙	2.0
达那唑	1.0	布地奈德	2.0
美雄诺龙	2.0	丙酸氯倍他索	2.0
炔诺酮	1.0	雌三醇	1.0
21 $\alpha$ -羟基孕酮	0.4	雌二醇	1.0
17 $\alpha$ -羟基孕酮	0.4	炔雌醇	1.0
甲基炔诺酮	2.0	雌酮	0.4
甲羟孕酮	0.4	己烯雌酚	0.4
乙酸甲地孕酮	1.0	己烷雌酚	0.4
乙酸氯地孕酮	1.0	己二烯雌酚	0.4

附录 G  
(资料性附录)

方法的加标回收率和相对标准偏差

表 G.1 50种激素在猪肝、猪肉、鸡肉和鸡蛋样品中的加标回收率和相对标准偏差(RSD)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	猪肝		猪肉		鸡肉		鸡蛋	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
去甲雄烯二酮	1.0	89.0	11.4	91.9	13.0	99.7	9.0	96.4	10.1
	2.0	103.2	9.8	92.3	16.1	99.4	7.4	94.5	12.3
	5.0	97.4	8.3	108.3	7.5	98.3	10.3	103.5	6.4
群勃龙	1.0	98.5	13.1	94.9	10.6	103.6	10.7	102.9	7.0
	2.0	108.4	5.9	112.0	10.3	104.8	11.8	99.7	9.8
	5.0	102.3	4.6	108.1	8.4	95.2	8.8	105.3	4.5
宝丹酮	2.0	89.0	11.4	95.4	6.8	105.9	8.9	99.9	8.7
	5.0	119.2	9.7	120.0	10.5	105.4	7.4	99.3	4.7
	10.0	108.0	6.9	104.0	7.9	109.8	11.6	105.6	5.9
氟甲睾酮	2.0	92.3	18.0	108.1	7.6	99.1	6.9	106.9	8.9
	5.0	102.3	9.5	111.0	11.1	118.0	8.1	105.4	12.0
	10.0	105.4	10.1	107.0	8.4	109.5	5.4	106.7	9.1
诺龙	1.0	102.4	9.2	109.5	7.6	102.3	4.3	116.8	7.2
	2.0	98.5	8.0	108.4	5.4	97.5	3.9	99.3	10.3
	5.0	106.1	7.3	95.9	4.8	103.0	6.2	101.8	3.7
雄烯二酮	1.0	107.9	9.1	96.4	4.0	109.0	5.7	98.3	8.6
	2.0	99.8	8.1	94.8	6.4	88.8	20.1	104.1	6.5
	5.0	103.6	9.4	95.8	5.2	99.7	10.5	104.6	2.7
美雄酮	1.0	89.0	6.4	108.7	9.9	98.5	11.2	109.7	6.7
	2.0	104.5	11.9	102.4	5.7	107.4	9.1	116.3	9.0
	5.0	94.7	7.4	107.3	6.1	93.6	9.5	105.1	8.6
睾酮	0.4	115.1	11.1	104.7	8.0	99.9	10.9	106.7	4.0
	1.0	92.5	20.8	105.5	7.0	109.2	5.6	120.0	9.8
	2.0	108.8	6.6	102.5	9.2	105.6	6.4	107.3	4.7
普拉雄酮	2.0	102.8	17.4	90.5	13.8	96.9	15.1	102.9	10.6
	5.0	108.0	9.8	114.0	5.2	108.4	10.2	120.0	8.3
	10.0	105.9	7.2	109.5	7.9	101.3	9.1	111.7	11.2

表 G.1 (续)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	猪肝		猪肉		鸡肉		鸡蛋	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
甲睾酮	0.4	99.7	5.8	94.3	10.3	98.9	11.7	102.5	14.3
	1.0	104.8	9.5	101.0	10.5	102.3	11.4	96.7	8.3
	2.0	99.9	6.5	105.1	9.9	103.6	11.3	97.1	4.3
异睾酮	1.0	93.1	17.2	98.5	19.0	89.2	6.4	91.9	7.6
	2.0	99.1	12.0	103.7	8.6	108.5	8.3	102.1	8.7
	5.0	107.4	7.5	105.3	8.2	94.8	6.8	96.2	5.1
美雄醇	2.0	110.3	15.0	105.7	11.2	107.5	9.8	102.7	9.4
	5.0	102.4	19.0	109.2	10.3	105.8	13.5	98.6	13.3
	10.0	97.1	11.7	101.8	8.0	108.6	11.7	105.2	19.6
表雄酮	0.4	102.0	9.1	103.8	9.9	105.4	18.6	104.3	13.1
	1.0	102.3	18.4	85.4	15.2	105.8	12.4	103.3	15.8
	2.0	99.8	13.2	110.9	13.1	105.2	16.1	103.8	8.6
康力龙	0.4	109.5	4.1	105.7	9.5	103.8	6.9	104.3	6.4
	1.0	75.2	11.9	99.8	14.7	105.5	8.1	101.5	4.7
	2.0	109.2	18.0	111.9	13.5	95.5	12.3	95.0	15.0
17 $\beta$ -羟基雄烷-3-酮	2.0	107.5	8.0	100.7	5.0	111.2	13.8	101.5	16.1
	5.0	109.5	4.0	108.2	3.3	105.6	20.4	103.8	17.9
	10.0	117.4	13.8	101.6	19.9	118.4	12.0	98.3	15.7
美睾酮	2.0	116.8	5.1	121.8	9.6	92.2	11.9	98.6	13.0
	5.0	99.7	4.4	112.5	11.6	104.7	9.2	107.1	8.3
	10.0	105.4	7.5	110.2	10.7	105.9	6.6	106.5	9.1
达那唑	1.0	87.6	18.0	97.4	6.5	94.5	6.9	102.4	10.7
	2.0	98.5	9.5	105.9	5.4	101.0	8.0	101.2	8.5
	5.0	93.0	10.5	91.9	6.6	105.7	3.9	92.7	6.9
美雄诺龙	2.0	103.7	16.0	110.7	11.4	109.1	7.8	107.8	8.7
	5.0	116.9	8.0	114.0	9.7	114.1	7.2	100.0	11.3
	10.0	109.3	6.3	105.3	2.9	104.9	9.1	112.0	11.2
炔诺酮	1.0	85.9	14.1	87.7	12.8	91.3	8.4	93.2	8.6
	2.0	96.5	17.5	102.4	6.9	107.3	7.8	100.8	9.2
	5.0	90.7	7.2	95.2	7.0	93.9	10.8	106.5	4.6
21 $\alpha$ -羟基孕酮	0.4	111.4	16.2	98.6	5.9	104.3	10.1	104.4	7.4
	1.0	100.9	16.4	102.5	11.3	99.1	12.3	94.6	11.3
	2.0	98.0	8.4	112.8	8.0	102.4	12.4	102.1	11.9

表 G.1 (续)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	猪肝		猪肉		鸡肉		鸡蛋	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
17 $\alpha$ -羟基孕酮	0.4	91.2	8.8	106.4	9.8	103.8	15.6	103.1	13.5
	1.0	101.9	12.4	95.2	13.1	103.4	17.2	101.9	13.9
	2.0	97.6	14.5	107.4	16.9	108.2	18.3	99.2	9.4
甲基炔诺酮	2.0	103.2	4.3	109.0	7.5	105.3	5.9	105.9	4.6
	5.0	76.3	8.8	82.4	15.6	103.8	7.4	99.6	5.3
	10.0	114.1	10.1	107.5	4.5	91.5	10.1	90.4	13.8
甲羟孕酮	0.4	109.8	15.1	111.2	6.5	96.0	9.8	103.1	14.0
	1.0	100.7	6.2	108.8	3.7	94.2	11.4	104.3	7.8
	2.0	106.8	3.5	108.9	7.0	101.5	5.3	116.1	12.5
乙酸甲地孕酮	1.0	112.2	3.9	111.6	12.1	113.0	5.3	109.9	6.6
	2.0	109.6	9.8	112.1	9.8	92.1	9.2	102.0	10.2
	5.0	107.4	8.1	116.0	7.7	105.8	5.9	98.1	4.8
乙酸氯地孕酮	1.0	87.5	16.3	97.1	15.3	97.8	2.6	108.8	11.2
	2.0	118.1	11.2	107.6	6.4	109.0	11.3	99.7	8.3
	5.0	94.9	8.0	93.6	10.3	106.3	6.1	103.5	7.8
孕酮	0.4	108.1	12.0	116.8	9.1	107.0	12.0	109.5	8.6
	1.0	120.3	9.1	127.9	10.3	111.7	7.5	106.6	4.4
	2.0	111.9	10.1	109.1	7.2	107.7	11.4	105.5	10.6
甲羟孕酮 乙酸酯	1.0	99.8	8.9	107.8	11.8	98.6	9.1	100.7	9.6
	2.0	93.1	16.2	98.5	19.0	89.2	6.4	91.9	7.6
	5.0	94.5	8.3	95.3	9.9	102.0	5.9	97.5	8.5
曲安西龙	0.4	105.7	6.5	103.7	8.6	109.1	8.3	102.1	8.7
	1.0	118.0	4.0	104.3	10.0	107.5	6.5	102.7	9.4
	2.0	109.0	8.0	109.2	10.3	105.8	13.5	98.6	13.3
醛固酮	0.4	97.1	11.7	101.8	8.0	108.6	11.7	105.2	19.6
	1.0	85.0	15.2	95.6	16.7	87.3	7.6	92.1	9.6
	2.0	91.7	11.8	106.5	11.7	108.4	6.7	99.7	8.8
泼尼松	0.4	109.6	6.1	99.9	11.4	104.3	10.1	100.0	8.7
	1.0	85.1	10.4	101.9	18.6	104.7	11.2	95.7	9.1
	2.0	97.1	10.9	112.8	8.9	103.5	12.0	108.0	9.7
可的松	0.4	91.0	14.2	109.3	6.4	105.2	13.2	107.0	8.0
	1.0	106.5	15.5	97.5	11.5	104.2	6.2	101.9	9.2
	2.0	96.1	13.1	111.7	15.3	107.3	10.6	97.8	9.4

表 G.1 (续)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	猪肝		猪肉		鸡肉		鸡蛋	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
氢化可的松	0.4	104.9	9.4	109.3	6.5	107.3	5.9	107.0	6.8
	1.0	76.9	11.4	84.9	9.6	107.1	7.4	99.6	5.3
	2.0	108.6	9.1	105.8	11.3	91.5	10.1	90.4	13.8
泼尼松龙	0.4	108.2	10.2	94.1	9.6	96.9	16.7	92.1	15.7
	1.0	118.8	17.2	113.5	16.6	112.5	13.0	99.9	15.3
	2.0	100.2	13.1	90.1	14.7	95.4	13.8	90.8	18.2
氟米松	0.4	114.4	11.2	106.8	6.5	105.1	11.2	100.9	15.6
	1.0	100.3	17.2	96.5	14.6	115.7	17.2	119.2	13.0
	2.0	111.0	6.2	109.9	7.5	97.1	10.8	92.6	18.3
地塞米松	0.4	95.2	13.1	110.4	13.6	109.5	12.3	104.8	10.9
	1.0	99.2	8.6	96.5	6.3	97.2	19.7	96.7	18.4
	2.0	101.5	16.1	101.2	12.2	116.3	15.6	110.1	11.1
乙酸氟氢 可的松	0.4	98.6	10.2	100.8	5.7	118.9	16.1	108.9	12.2
	1.0	115.4	8.1	104.2	6.6	100.4	19.1	113.7	13.8
	2.0	120.6	7.8	115.6	8.6	101.8	11.7	89.1	9.4
甲基泼尼松龙	0.4	118.6	15.7	93.8	14.6	117.2	16.3	107.9	13.6
	1.0	116.7	13.0	103.3	13.9	89.5	12.7	97.4	6.5
	2.0	103.2	10.5	93.2	9.8	104.7	10.8	101.2	13.1
倍氯米松	0.4	116.2	16.1	114.6	7.8	90.8	15.6	92.1	9.8
	1.0	107.6	9.2	117.2	7.2	108.1	11.3	109.2	6.9
	2.0	104.6	7.5	116.5	11.3	103.2	5.5	105.5	4.1
曲安奈德	1.0	106.9	7.8	112.0	7.0	105.4	5.4	108.1	7.9
	2.0	99.9	18.0	104.8	9.8	98.9	8.0	102.3	9.4
	5.0	105.1	5.9	108.7	4.0	102.9	8.6	96.8	9.3
氟轻松	1.0	108.6	11.7	105.2	19.6	96.8	9.2	94.3	6.3
	2.0	105.4	18.6	104.3	13.1	104.0	9.4	102.6	10.2
	5.0	110.8	10.5	95.7	7.3	106.6	5.9	97.9	8.8
氟米龙	2.0	105.8	12.4	103.3	15.8	102.5	10.6	104.9	9.4
	5.0	105.2	16.1	103.8	8.6	100.8	11.3	96.8	5.6
	10.0	103.8	6.9	104.3	6.4	104.1	14.4	102.9	10.3
布地奈德	2.0	105.5	8.1	101.5	4.7	108.6	16.7	99.2	9.7
	5.0	95.5	12.3	95.0	15.0	104.8	18.2	108.4	11.7
	10.0	103.4	11.8	98.7	5.9	109.9	19.4	103.3	10.3

表 G.1 (续)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	猪肝		猪肉		鸡肉		鸡蛋	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
丙酸氯倍他素	2.0	109.2	6.4	99.4	7.3	107.5	5.7	103.8	4.0
	5.0	108.1	5.4	104.7	9.4	100.1	8.1	96.4	5.8
	10.0	103.3	6.8	109.5	8.1	96.0	11.3	95.6	8.3
雌三醇	1.0	89.2	6.4	91.9	7.6	107.5	9.8	102.7	9.4
	2.0	108.5	8.3	102.1	8.7	105.8	13.5	98.6	13.3
	5.0	94.8	10.5	97.2	6.9	109.8	7.3	95.4	9.6
雌二醇	1.0	102.3	18.4	85.4	15.2	109.5	4.1	105.7	9.5
	2.0	99.8	13.2	110.9	13.1	81.3	17.9	99.8	14.7
	5.0	104.6	8.4	98.3	7.9	97.8	6.0	102.6	5.8
双烯醇	1.0	87.6	14.0	91.9	11.4	95.9	8.0	99.4	8.5
	2.0	98.7	12.0	91.7	17.3	108.4	7.6	100.9	8.1
	5.0	95.7	8.4	99.5	4.7	98.1	9.0	105.3	6.8
雌酮	0.4	114.5	25.7	99.7	7.0	98.1	7.8	105.7	11.2
	1.0	105.9	19.0	102.3	11.9	103.1	10.5	109.9	9.1
	2.0	98.3	8.5	115.7	13.9	113.4	10.2	108.0	9.7
己烯雌酚	0.4	102.0	10.0	101.9	9.8	99.4	14.7	107.0	13.5
	1.0	98.2	17.7	85.3	18.6	105.6	15.0	100.9	9.5
	2.0	97.0	11.8	109.2	8.2	109.1	7.3	110.2	18.4
己烷雌酚	0.4	108.2	10.1	99.9	7.6	99.8	5.9	107.0	6.8
	1.0	87.8	10.3	85.7	15.3	103.8	8.4	108.2	10.7
	2.0	115.2	9.1	106.4	13.5	102.5	10.2	99.2	12.7
己二烯雌酚	0.4	93.1	27.2	98.5	19.0	102.4	19.0	109.2	10.3
	1.0	99.1	12.0	103.7	8.6	97.1	11.7	101.8	8.0
	2.0	110.3	15.0	105.7	11.2	102.0	9.1	103.8	9.9

表 G.2 50种激素在牛肉、牛奶、虾中的加标回收率和相对标准偏差(RSD)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	牛肉		牛奶		虾	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
去甲雄烯二酮	1.0	77.7	11.0	84.3	7.6	81.5	8.6
	2.0	78.0	13.6	84.1	6.2	79.9	10.4
	5.0	94.5	8.1	105.1	7.3	95.4	10.0



表 G.2 (续)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	牛肉		牛奶		虾	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
群勃龙	1.0	80.3	8.9	87.6	9.0	87.0	6.0
	2.0	94.7	8.7	88.6	10.0	84.3	8.3
	5.0	99.2	4.5	104.9	8.1	92.3	8.5
宝丹酮	2.0	80.6	5.8	89.6	7.5	84.4	7.3
	5.0	101.5	8.8	89.1	6.2	84.0	4.0
	10.0	87.9	6.7	92.8	9.8	89.3	5.0
氟甲睾酮	2.0	91.4	6.4	83.8	5.9	90.4	7.5
	5.0	93.8	9.4	99.8	6.9	89.1	10.1
	10.0	90.5	7.1	92.5	4.6	90.2	7.7
诺龙	1.0	92.5	6.4	86.5	3.6	98.8	6.0
	2.0	91.6	4.6	82.4	3.3	84.0	8.7
	5.0	102.9	7.1	93.0	4.7	99.9	6.0
雄烯二酮	1.0	81.5	3.3	92.2	4.8	83.1	7.3
	2.0	80.2	5.4	75.1	17.0	88.0	5.5
	5.0	100.5	9.1	92.9	5.0	96.7	10.2
美雄酮	1.0	91.9	8.4	83.2	9.5	92.7	5.7
	2.0	86.6	4.8	90.8	7.7	98.3	7.6
	5.0	91.9	7.2	104.1	5.9	90.8	9.2
睾酮	0.4	88.5	6.8	84.4	9.2	90.2	3.3
	1.0	89.2	6.0	92.3	4.7	101.5	8.3
	2.0	86.7	7.8	89.3	5.4	90.7	4.0
普拉雄酮	2.0	99.7	16.9	87.8	13.4	94.0	14.6
	5.0	96.3	4.4	91.6	8.6	101.5	7.0
	10.0	92.5	6.7	85.7	7.7	94.4	9.5
甲睾酮	0.4	79.7	8.7	83.6	9.9	86.7	12.1
	1.0	85.4	8.8	86.5	9.7	81.7	7.0
	2.0	88.8	8.4	87.6	9.6	82.1	3.6
异睾酮	1.0	83.2	16.1	75.4	5.4	77.7	6.4
	2.0	87.7	7.3	91.7	7.0	86.3	7.3
	5.0	104.2	7.3	102.1	8.0	92.0	6.6
美雄醇	2.0	89.4	9.5	90.9	8.3	86.9	7.9
	5.0	92.3	8.7	89.5	11.4	83.3	11.3
	10.0	86.0	6.8	91.8	9.9	88.9	16.6

表 G.2 (续)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	牛肉		牛奶		虾	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
表雄酮	0.4	87.8	8.4	89.1	15.7	88.2	11.1
	1.0	72.2	12.8	89.5	10.5	87.3	13.4
	2.0	93.7	11.1	88.9	13.6	87.8	7.3
康力龙	0.4	89.4	8.0	87.8	5.9	88.2	5.4
	1.0	84.4	12.5	89.2	6.9	85.8	4.0
	2.0	94.6	11.4	80.7	10.4	80.4	12.6
17 $\beta$ -羟基雄烷-3-酮	2.0	85.1	4.2	94.0	11.6	85.8	22.0
	5.0	91.5	2.8	114.7	17.2	87.8	15.2
	10.0	85.9	16.8	100.1	10.1	83.1	13.3
美睾酮	2.0	103.0	8.1	77.9	10.0	83.3	11.0
	5.0	95.1	9.8	88.5	7.8	90.6	7.0
	10.0	93.2	9.0	89.6	5.6	90.0	7.7
达那唑	1.0	82.3	5.5	79.9	5.9	86.6	9.0
	2.0	89.6	4.6	85.4	6.8	85.6	7.2
	5.0	90.2	10.2	89.1	6.4	102.5	3.8
英雄诺龙	2.0	93.6	9.7	92.3	6.6	91.1	7.3
	5.0	96.3	8.2	96.4	6.0	84.5	9.6
	10.0	89.0	2.4	88.7	7.7	94.7	9.5
炔诺酮	1.0	74.1	10.8	77.2	7.1	78.8	7.3
	2.0	86.6	5.9	90.7	6.6	85.2	7.8
	5.0	88.0	7.0	92.3	6.8	91.1	10.5
21 $\alpha$ -羟基孕酮	0.4	83.3	5.0	88.2	8.6	88.3	6.2
	1.0	86.7	9.6	83.8	10.4	80.0	9.6
	2.0	95.3	6.8	86.6	10.5	86.3	10.0
17 $\alpha$ -羟基孕酮	0.4	89.9	8.3	87.8	13.2	87.1	11.4
	1.0	80.4	11.1	87.4	14.5	86.1	11.7
	2.0	90.8	14.3	91.5	15.4	83.9	7.9
甲基炔诺酮	2.0	92.2	6.3	89.0	5.0	89.6	3.9
	5.0	89.7	13.2	87.8	6.2	84.2	4.5
	10.0	90.9	20.7	77.4	8.6	76.4	11.6
甲羟孕酮	0.4	102.5	5.5	81.2	8.3	87.1	11.8
	1.0	92.0	3.2	105.0	9.7	105.1	6.6
	2.0	92.1	6.0	85.8	4.5	98.1	10.6

表 G.2 (续)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	牛肉		牛奶		虾	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
乙酸甲地孕酮	1.0	102.8	10.2	95.5	4.5	109.8	5.6
	2.0	94.8	8.3	103.2	7.8	103.1	8.6
	5.0	104.2	7.9	112.5	7.5	102.6	5.7
乙酸氯地孕酮	1.0	82.1	12.9	82.7	2.2	92.0	9.5
	2.0	91.0	5.4	92.2	9.6	84.3	7.0
	5.0	92.1	7.8	90.8	10.0	103.1	5.9
孕酮	0.4	98.8	7.7	90.5	10.1	92.5	7.3
	1.0	108.2	8.7	94.4	6.3	90.1	3.7
	2.0	92.3	6.0	91.0	9.7	89.2	8.9
甲羟孕酮 乙酸酯	1.0	91.1	10.0	83.3	7.7	85.1	8.1
	2.0	83.2	16.1	75.4	5.4	77.7	6.4
	5.0	91.7	8.1	92.4	9.6	98.9	5.7
曲安西龙	0.4	87.7	7.3	92.3	7.0	86.3	7.3
	1.0	88.2	8.5	90.9	5.5	86.9	7.9
	2.0	92.3	8.7	89.5	11.4	83.3	11.3
醛固酮	0.4	86.0	6.8	91.8	9.9	88.9	16.6
	1.0	80.8	14.1	73.8	6.4	77.8	8.1
	2.0	90.0	9.9	91.6	5.7	84.3	7.4
泼尼松	0.4	84.4	9.7	88.2	8.6	84.5	7.3
	1.0	86.1	15.7	88.5	9.5	80.9	7.7
	2.0	95.3	7.5	87.5	10.1	91.3	8.2
可的松	0.4	92.4	5.4	88.9	11.2	90.5	6.8
	1.0	82.4	18.1	88.1	5.2	86.1	7.8
	2.0	94.4	12.9	90.7	8.9	82.7	7.9
氢化可的松	0.4	92.4	5.5	90.7	5.0	90.5	5.8
	1.0	91.8	8.1	90.6	6.2	84.2	4.5
	2.0	89.5	9.6	77.4	8.6	86.4	11.6
泼尼松龙	0.4	79.5	8.1	81.9	14.1	77.8	13.3
	1.0	86.0	14.0	95.1	11.0	84.4	12.9
	2.0	76.2	12.5	80.6	11.6	76.7	15.3
氟米松	0.4	90.3	5.5	88.8	9.5	85.3	13.2
	1.0	81.6	12.4	97.8	14.5	100.8	11.0
	2.0	92.9	6.3	82.1	9.1	78.3	15.4

表 G.2 (续)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	牛肉		牛奶		虾	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
地塞米松	0.4	93.4	11.5	92.5	10.4	88.6	9.2
	1.0	81.6	5.3	82.2	16.6	81.7	15.5
	2.0	85.6	10.3	98.3	13.2	93.1	9.4
乙酸氟氢 可的松	0.4	85.2	4.8	100.5	13.6	92.1	10.3
	1.0	88.1	5.6	84.9	16.2	96.2	11.6
	2.0	97.7	7.3	86.0	9.9	95.3	7.9
甲基泼 尼松龙	0.4	79.3	12.4	99.0	13.8	91.2	11.5
	1.0	87.3	11.7	85.7	10.7	82.3	5.5
	2.0	78.8	8.3	88.5	9.1	85.6	11.1
倍氯米松	0.4	96.9	6.6	86.7	13.2	77.8	8.3
	1.0	99.0	6.0	91.4	9.6	92.3	5.9
	2.0	98.5	9.6	87.2	4.7	89.2	3.4
曲安奈德	1.0	94.7	6.0	89.1	4.6	91.4	6.7
	2.0	88.6	8.3	83.6	6.8	86.5	7.9
	5.0	101.9	5.7	105.4	3.9	99.8	8.3
氟轻松	1.0	88.9	16.6	81.8	7.8	79.7	5.3
	2.0	88.2	11.1	87.9	7.9	86.8	8.6
	5.0	107.5	10.2	92.8	7.1	103.4	5.7
氟米龙	2.0	87.3	13.4	86.7	8.9	88.7	7.9
	5.0	87.8	7.3	85.2	9.6	81.8	4.7
	10.0	88.2	5.4	88.0	12.2	87.0	8.7
布地奈德	2.0	85.8	4.0	91.8	14.1	83.9	8.2
	5.0	80.4	12.6	88.6	15.3	91.6	9.9
	10.0	83.4	5.0	92.9	16.4	87.3	8.7
丙酸氟 倍他索	2.0	84.1	6.1	90.9	4.8	87.8	3.3
	5.0	88.5	7.9	84.6	6.9	81.5	4.9
	10.0	92.5	6.8	81.2	9.6	80.8	7.0
雌三醇	1.0	77.7	6.4	90.9	8.3	86.9	7.9
	2.0	86.3	7.3	89.5	11.4	83.3	11.3
	5.0	92.0	10.2	94.3	6.7	106.5	7.1
雌二醇	1.0	72.2	12.8	92.5	3.4	89.4	8.0
	2.0	93.7	11.1	60.3	10.0	84.4	12.5
	5.0	101.5	8.1	95.4	7.7	94.9	5.8

表 G.2 (续)

化合物	添加水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	牛肉		牛奶		虾	
		回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
炔雌醇	1.0	77.7	9.7	81.1	6.8	84.1	7.2
	2.0	77.6	14.6	91.6	6.4	85.3	6.9
	5.0	92.8	8.1	96.5	4.6	95.2	8.7
雌酮	0.4	84.3	6.0	83.0	6.6	89.4	9.5
	1.0	86.5	10.0	87.1	8.8	92.9	7.7
	2.0	97.8	11.7	95.9	8.6	91.3	8.2
己烯雌酚	0.4	86.1	8.3	84.1	12.5	90.5	11.4
	1.0	92.1	15.7	89.3	12.6	85.3	8.0
	2.0	92.3	17.9	92.3	6.1	93.2	15.5
己烷雌酚	0.4	84.4	6.4	84.4	5.0	90.5	5.8
	1.0	82.4	12.9	87.8	7.1	91.5	9.0
	2.0	89.9	11.4	86.7	8.6	83.9	10.7
己二烯雌酚	0.4	83.2	16.1	86.6	16.1	92.3	8.7
	1.0	87.7	7.3	82.1	9.9	86.0	6.8
	2.0	89.4	9.5	86.2	7.7	87.8	8.4