

GB 31658.28-2025 | 食品安全国家标准—动物性食品及尿液中乙酰孕激素类药物残留的测定

作者

吴翠玲
安捷伦科技（中国）有限公司

摘要

乙酰孕激素 (AG) 是一类人工合成的甾体药物，包括醋酸氟孕酮 (Flurogestone acetate, FGA)、醋酸甲地孕酮 (Megestrol acetate, MA)、醋酸美仑孕酮 (Melengestrol acetate, MGA)、醋酸氯地孕酮 (Chlormadinone acetate, CMA) 等。这类药物通过调节细胞的生长和分化功能，对人体及动物的生理功能具有十分重要的作用。在动物养殖中，它们被广泛应用于动物的发情控制和调节、促生长和兽医临床。然而，残留的乙酰孕激素可能通过动物源食品进入人体，并产生累积作用，可能致畸、致癌。因此，许多国家和地区都严格控制乙酰孕激素用于动物生产中的促生长应用。欧盟严禁将 AG 类药物作为畜禽生长促进剂^[1]。我国农业部于 2002 年发布的第 235 号文件中规定动物源食品中不得检出 MA，并规定 FGA 在羊奶中的最高残留限量为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ^[2]。

本文采用 Agilent Captiva EMR-Lipid 专利除脂净化柱结合 HPLC-MS/MS 检测，建立了一种分析动物源食品中乙酰孕激素残留的方法。该方法简单、易操作，其中 Captiva EMR-Lipid 过滤柱可有效去除动物源食品基质中的脂质。

仪器条件

针对于最新推出的视频安全国家标准，安捷伦的应用工程师推荐了以下方法对动物源食品中的乙酰孕激素残留进行分析。

表 1. 色谱条件

色谱	Agilent 1290 Infinity II 高效液相色谱系统
色谱柱	Agilent Poroshell 120 SB-C18, 3.0 × 100 mm, 2.7 μm (部件号 685975-302)
柱温	40 °C
进样量	10 μL
流动相 A	水相 (含 2 mmol/L 乙酸铵和 0.1% 甲酸)
流动相 B	0.1% 甲酸的乙腈溶液
流速	0.4 mL/min
梯度程序	0.0–4.0 min, 60%–90% B ; 4.0–6.0 min, 90%–100% B
后运行时间	2.0 min

表 2. 质谱条件

质谱	Agilent 6470 三重四极杆液质联用系统
离子源	ESI+
监测模式	MRM
干燥气温度	250 °C
干燥气流速	7 L/min
雾化器压力	35 psi
鞘气温度	325 °C
鞘气流速	11 L/min
毛细管电压	3500 V
喷嘴电压	300 V

回收率

表 3. 乙酰孕激素在不同基质中的精密度和准确度

目标物	加标浓度 (μg/kg)	猪肉		猪肝		猪肾		鸡蛋		牛奶	
		平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
FGA	1	114.2	4.7	90.2	2.5	93.9	5.9	93.7	2.7	87.1	0.6
	2	103.6	4.7	84.3	4.8	96.0	4.9	101.7	4.3	92.6	7.8
	10	99.7	8.2	95.1	3.5	112.8	1.2	107.4	9.3	92.1	2.7
CMA	1	104.0	6.3	97.1	9.9	88.6	4.3	94.4	3.3	98.7	2.8
	2	108.7	5.6	100.7	4.8	97.8	5.4	94.4	4.8	99.6	4.1
	10	103.0	2.3	98.5	2.3	102.0	9.8	99.8	6.3	92.9	2.4
MA	1	95.7	3.3	80.1	2.1	91.1	9.6	87.1	2.8	103.1	1.1
	2	112.2	3.5	91.6	3.6	105.7	9.4	98.8	8.2	102.7	1.3
	10	111.6	5.3	101.3	5.5	102.4	9.8	98.7	5.0	80.8	0.4
MGA	1	93.3	7.3	96.7	5.8	96.0	4.0	90.1	7.6	88.1	8.5
	2	109.0	4.5	97.7	9.3	104.2	3.3	99.1	6.6	85.2	4.3
	10	110.6	3.3	108.3	8.8	103.7	8.2	99.1	5.2	92.6	2.2

前处理流程



*对于牛奶等含水量较高的样品，可直接用 10 mL 乙腈提取；对于脂肪样品，可直接用 10 mL 乙腈提取后再加入 2 mL 水混匀，然后再进行盐析步骤

图 1. 前处理操作流程

消耗品订购信息

消耗品	部件号
Agilent Captiva EMR-Lipid, 300 mg, 3 mL	5190-1003
Poroshell 120 SB-C18, 3.0 × 100 mm, 2.7 μm	685975-302
Agilent VacElut 20 固相萃取装置	12234104
Agilent Captiva PTFE-Q 过滤膜, 0.2 μm, 13 mm	5191-4294

谱图

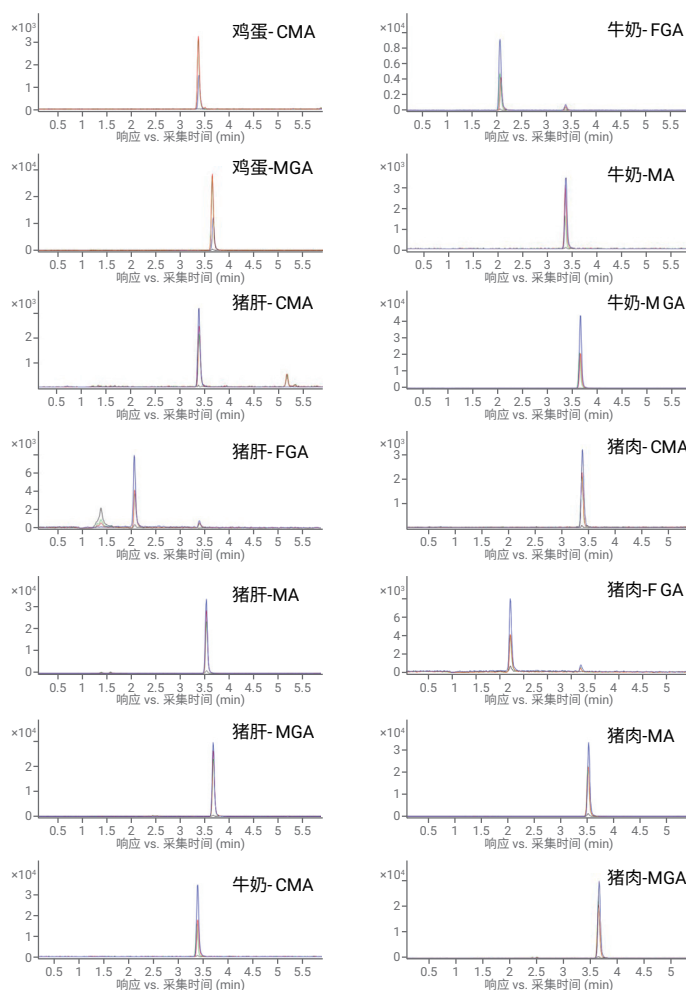


图 2. 乙酰孕激素 3.2 ng/mL 标品 (蓝色)，不同基质中乙酰孕激素 10 μg/kg 加标样品 (红色)，基质标样品 (绿色)，空白样品 (黑色) 的 MRM 色谱图。

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn



微信搜一搜

Q 安捷伦视界

www.agilent.com

DE-014161

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更,恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2026
2026年4月, 中国出版
5994-8604ZH-CN

