



中华人民共和国国家标准

GB/T 22957—2008

河豚鱼、鳗鱼及烤鳗中九种糖皮质激素 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of nine glucocorticoids residues in fugu, eel and baked eel—
LC-MS-MS method

2008-12-31 发布

2009-05-01 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、附录 B 为资料性附录。

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

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。

本标准主要起草人：刘永明、李金、吴艳萍、冯冠、曹彦忠、庞国芳。

河豚鱼、鳗鱼及烤鳗中九种糖皮质激素 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了河豚鱼、鳗鱼及烤鳗中泼尼松龙、泼尼松、氢化可的松、可的松、甲基泼尼松龙、倍他米松、地塞米松、倍氯米松、醋酸氟氢可的松九种糖皮质激素残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于河豚鱼、鳗鱼及烤鳗中九种糖皮质激素残留量的测定。

本标准的方法检出限：泼尼松龙、泼尼松、氢化可的松、可的松、甲基泼尼松龙、倍他米松、地塞米松为 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；倍氯米松、醋酸氟氢可的松为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 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—2008, ISO 3696:1987, MOD）

3 原理

河豚鱼、鳗鱼、烤鳗样品中加入无水硫酸钠，用乙酸乙酯提取，提取液浓缩后，经过硅胶固相萃取柱净化，液相色谱-串联质谱仪测定，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 水：GB/T 6682，一级。

4.2 甲醇：色谱纯。

4.3 乙腈：色谱纯。

4.4 乙酸乙酯：色谱纯。

4.5 甲酸：优级纯。

4.6 正己烷：色谱纯。

4.7 丙酮：色谱纯。

4.8 丙酮-正己烷溶液：丙酮+正己烷(2+3)。量取 200 mL 丙酮与 300 mL 正己烷混匀。

4.9 无水硫酸钠：分析纯。在 650 $^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中灼烧 6 h，储存于干燥器中。

4.10 泼尼松龙(CAS:50-24-8)、泼尼松(CAS:53-03-2)、氢化可的松(CAS:50-23-7)、可的松(CAS:53-06-5)、甲基泼尼松龙(CAS:83-43-2)、倍他米松(CAS:378-44-9)、地塞米松(CAS:50-02-2)、倍氯米松(CAS:4419-39-0)、醋酸氟氢可的松(CAS:514-36-3)标准物质：纯度 $\geq 98\%$ 。

4.11 1.0 mg/mL 标准储备溶液：分别准确称取适量的糖皮质激素标准物质，用甲醇溶解，分别配制