



中华人民共和国国家标准

GB/T 22962—2008

河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中烯丙孕素、 氯地孕酮残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of altrenogest, chlormadinone 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、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：康海宁、谢丽琪、肖来龙、赵琼晖、张建莹、庞国芳。

河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中烯丙孕素、 氯地孕酮残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中烯丙孕素(altrenogest)和氯地孕酮(chlormadinone)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、鳗鱼和烤鳗中烯丙孕素和氯地孕酮残留量的确证和定量测定。

本标准方法检出限:烯丙孕素和氯地孕酮的检出限均为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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

试样在 37 $^{\circ}\text{C}$ 经过 16 h 酶解后,采用乙腈提取试样中残留的烯丙孕素和氯地孕酮,提取液经乙腈饱和和正己烷脱脂、固相萃取柱净化。电喷雾离子化,液相色谱-串联质谱检测和确证,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 正己烷:色谱纯。

4.4 甲酸:色谱纯。

4.5 乙酸铵:色谱纯。

4.6 氯化钠。

4.7 乙酸钠。

4.8 乙酸。

4.9 β -葡萄糖苷酸/硫酸酯酶:116 300 unit/mL。

4.10 乙酸钠缓冲溶液:0.2 mol/L,pH 5.2。称取 16.4 g 乙酸钠(4.7)溶解于 800 mL 水中,用乙酸(4.8)调节 pH 值至 5.2,用水定容至 1 000 mL。

4.11 乙腈饱和正己烷:取 500 mL 正己烷(4.3),加入适量乙腈(4.2),充分振摇后,待两相分层,上层即为乙腈饱和正己烷溶液。