

ICS 67.050  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22956—2008

GB/T 22956—2008

## 河豚鱼、鳎鱼和烤鳎中吡喹酮 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of praziquantel residue in fugu, eel and baked eel—  
LC-MS-MS method

中华人民共和国  
国家标准  
河豚鱼、鳎鱼和烤鳎中吡喹酮  
残留量的测定 液相色谱-串联质谱法  
GB/T 22956—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

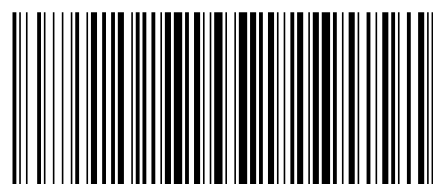
\*

书号:155066·1-36665 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 22956—2008

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

**附录 B**  
(资料性附录)  
**回收率**

吡啶酮的添加浓度及其平均回收率的试验数据见表 B.1。

**表 B.1 吡啶酮的添加浓度及其平均回收率的试验数据**

样品基质	添加浓度/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/%
河豚鱼肌肉	5	83.0
	10	101.8
	20	93.8
	40	95.7
鳗鱼肌肉	5	76.2
	10	79.8
	20	112.1
	40	109.5
烤鳗	5	100.0
	10	99.0
	20	101.0
	40	104.0

## 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、中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：林峰、李志勇、吴映璇、欧阳少伦、林海丹、邵琳智、庞国芳。

式中：

$X$ ——试样中吡喹酮残留量，单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )；

$c$ ——从标准工作曲线得到的吡喹酮溶液浓度，单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ )；

$V$ ——样品溶液最终定容体积，单位为毫升( $\text{mL}$ )；

$m$ ——样品溶液所代表最终试样的质量，单位为克( $\text{g}$ )。

计算结果应扣除空白值。

## 9 精密度

### 9.1 一般规定

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 的规定确定的，重复性和再现性的值以 95% 的可信度来计算。

### 9.2 重复性

在重复性试验条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限  $r$ ，被测物的添加浓度范围及重复性方程见表 4。

表 4 添加浓度范围及重复性和再现性方程 单位为微克每千克

样品基质	添加浓度范围	重复性限 $r$	再现性限 $R$
河豚鱼肌肉	5~40	$r=0.100 m-0.379$	$R=0.282 m-0.175$
鳗鱼肌肉	5~40	$r=0.046 5 m+0.553$	$R=0.218 m-0.077$
烤鳗	5~40	$r=0.127 m-0.037$	$R=0.149 m+2.37$

注： $m$  为两次测定结果的算术平均值。

如果差值超过重复性限，应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

### 9.3 再现性

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限  $R$ ，被测物的添加浓度范围及再现性方程见表 4。

## 河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中吡喹酮 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、鳗鱼和烤鳗中吡喹酮残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于河豚鱼肌肉、鳗鱼肌肉、烤鳗中吡喹酮残留量的测定。

本标准的方法检出限：河豚鱼肌肉、鳗鱼肌肉、烤鳗中吡喹酮残留量的检出限为  $5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 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

采用乙酸乙酯提取样品中的吡喹酮残留，提取液经碱性氧化铝小柱净化，样品溶液供液相色谱-串联质谱仪检测，外标峰面积法定量。

### 4 试剂和材料

除特别规定外，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈：色谱纯。

4.2 甲醇：色谱纯。

4.3 乙酸乙酯。

4.4 冰乙酸。

4.5 0.1% 乙酸溶液：准确移取 1.0 mL 冰乙酸(4.4)至 1 L 容量瓶中，加水至刻度，摇匀备用。

4.6 碱性氧化铝柱或性能相当者：1 g, 6 mL。

4.7 标准品：吡喹酮(praziquantel, CAS:55268-74-1)，纯度 $\geq 98\%$ 。

4.8 100 mg/L 标准储备液：准确称取吡喹酮标准品 10.0 mg(准确至 0.01 mg)，用甲醇溶解并定容至 100 mL。该标准储备液避光置于  $-18 \text{ }^\circ\text{C}$  冰箱中保存。

4.9 标准工作液：根据需要，吸取一定量的 100 mg/L 吡喹酮标准储备液(4.8)用乙腈-水(2+3)溶液稀释成适当浓度的标准工作液，使用前配制。

4.10 基质混合标准工作溶液：根据需要，吸取不同体积的标准工作液(4.9)，用空白样品提取液配制成不同浓度的基质混合标准工作溶液，使用前配制。

4.11 滤膜：0.2  $\mu\text{m}$ 。