

ICS 67.050  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22962—2008

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

中华人民共和国  
国家标准  
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  
GB/T 22962—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

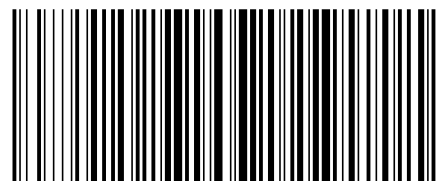
网址 www.spc.net.cn  
电话:68523946 68517548

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 12 千字  
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-36749 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 22962—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 A  
(资料性附录)

标准溶液多反应监测(MRM)色谱图

烯丙孕素和氯地孕酮标准溶液的多反应监测(MRM)色谱图见图 A.1。

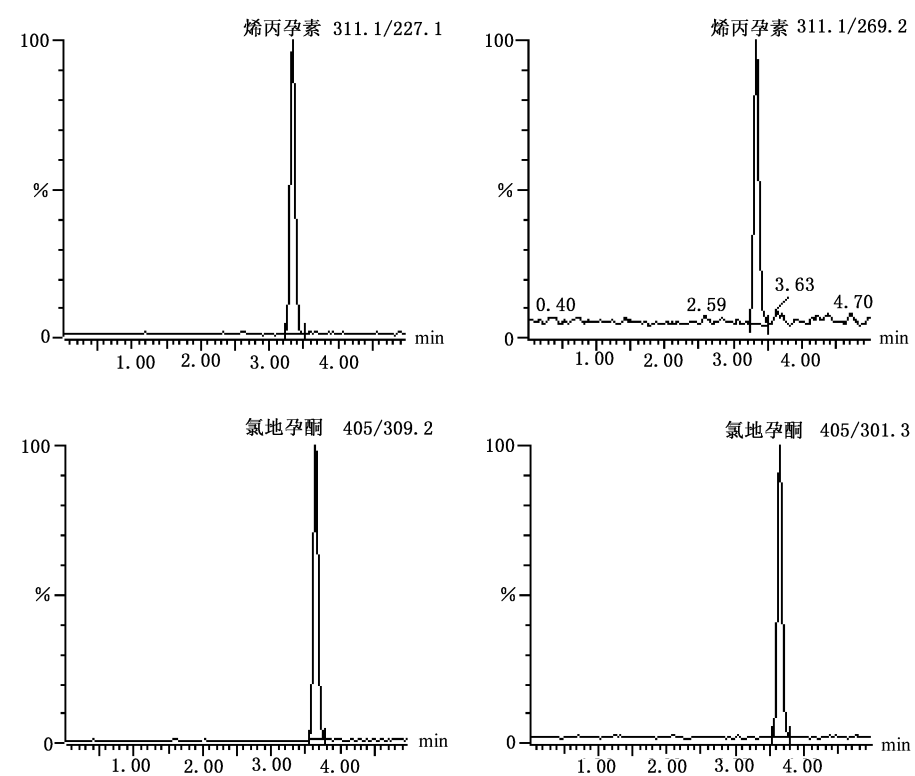


图 A.1 烯丙孕素和氯地孕酮标准溶液的多反应监测(MRM)色谱图

## 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。

表 2 烯丙孕素和氯地孕酮测定的质谱参数

化合物名称	参考保留时间/min	母离子	子离子	采集时间/s	锥孔电压/V	碰撞能量/eV
烯丙孕素	3.33	311.1	227.1 <sup>a</sup>	0.1	40	24
			269.2			18
氯地孕酮	3.64	405.0	309.2 <sup>a</sup>	0.1	26	16
			301.3			20

<sup>a</sup> 为定量离子,对于不同质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应将质谱参数优化到最佳。

7.4.3 液相色谱-串联质谱测定

7.4.3.1 定性测定

每种被测组分选择 1 个母离子,2 个以上子离子,在相同试验条件下,样品中待测物质的保留时间与基质标准溶液的保留时间偏差在±2.5%之内;且样品中各组分定性离子的相对丰度与浓度接近的基质混合标准工作溶液中对应的定性离子的相对丰度进行比较,偏差不超过表 3 规定的范围,则可判定为样品中存在对应的待测物。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差 以%表示

相对离子丰度 K	K>50	20<K<50	10<K<20	K≤10
允许的最大偏差	±20	±25	±30	±50

7.4.3.2 定量测定

在仪器最佳工作条件下,对混合基质标准溶液进样,以峰面积为纵坐标,混合基质标准溶液浓度为横坐标绘制标准工作曲线,用标准工作曲线对样品进行定量,样品溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内。烯丙孕素和氯地孕酮标准溶液的多反应监测(MRM)色谱图参见附录 A 中的图 A.1。烯丙孕素和氯地孕酮的添加浓度及其平均回收率的试验数据参见附录 B 中的表 B.1。

7.4.3.3 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.4.3.4 回收率试验

吸取适量混合标准中间溶液,用空白基质溶液稀释成所需浓度的标准工作溶液。阴性样品中添加标准溶液,按 7.1 和 7.2 操作,测定后计算样品添加的回收率。

8 结果计算

试样中烯丙孕素和氯地孕酮的残留量按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m} \times \frac{1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——试样中被测组分残留量,单位为微克每千克(μg/kg);
- c——从标准工作曲线得到的被测组分溶液浓度,单位为微克每升(μg/L);
- V——样品溶液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m——最终样品溶液所代表的试样质量,单位为克(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

## 河豚鱼、鳎鱼和烤鳎中烯丙孕素、 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、鳎鱼和烤鳎中烯丙孕素(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、鳎鱼和烤鳎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 μg/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 °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。