

GB

2008年制定



中国国家标准汇编

407

GB 22956~23110

(2008 年制定)

中国标准出版社 编

中国标准出版社

北京



中国标准出版社

704

GB 22956-2008

(GB 22956-2008)

图书在版编目 (CIP) 数据

中国国家标准汇编: 2008 年制定. 407: GB 22956~
23110/中国标准出版社编. —北京: 中国标准出版社,
2009

ISBN 978-7-5066-5396-1

I. 中… II. 中… III. 国家标准-汇编-中国-2008
IV. T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 106921 号

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 40 字数 1 170 千字

2009 年 8 月第一版 2009 年 8 月第一次印刷

*

定价 200.00 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

ISBN 978-7-5066-5396-1



9 787506 653961 >

出版说明

1. 《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。它在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 《中国国家标准汇编》收入我国每年正式发布的全部国家标准,分为“制定”卷和“修订”卷两种编辑版本。

“制定”卷收入上一年度我国发布的、新制定的国家标准,顺延前年度标准编号分成若干分册,封面和书脊上注明“20××年制定”字样及分册号,分册号一直连续。各分册中的标准是按照标准编号顺序连续排列的,如有标准顺序号缺号的,除特殊情况注明外,暂为空号。

“修订”卷收入上一年度我国发布的、被修订的国家标准,视篇幅分设若干分册,但与“制定”卷分册号无关联,仅在封面和书脊上注明“20××年修订-1,-2,-3,……”字样。“修订”卷各分册中的标准,仍按标准编号顺序排列(但不连续);如有遗漏的,均在当年最后一分册中补齐。需提请读者注意的是,个别非顺延前年度标准编号的新制定的国家标准没有收入在“制定”卷中,而是收入在“修订”卷中。

读者配套购买《中国国家标准汇编》“制定”卷和“修订”卷则可收齐上一年度我国制定和修订的全部国家标准。

3. 由于读者需求的变化,自 1996 年起,《中国国家标准汇编》仅出版精装本。

4. 2008 年我国制修订国家标准共 5 946 项。本分册为“2008 年制定”卷第 407 分册,收入国家标准 GB 22956~23110 的最新版本。

中国标准出版社

2009 年 5 月

目 录

GB/T 22956—2008	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
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	9
GB/T 22958—2008	河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中角黄素残留量的测定 液相色谱-紫外检测法	19
GB/T 22959—2008	河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	29
GB/T 22960—2008	河豚鱼和鳗鱼中头孢唑啉、头孢匹林、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢唑肟残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	41
GB/T 22961—2008	河豚鱼、鳗鱼中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定 液相色谱-紫外检测法	49
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	57
GB/T 22963—2008	河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	67
GB/T 22964—2008	河豚鱼、鳗鱼中林可霉素、竹桃霉素、红霉素、替米考星、泰乐菌素、螺旋霉素、吉他霉素、交沙霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	77
GB/T 22965—2008	牛奶和奶粉中 12 种 β -兴奋剂残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	89
GB/T 22966—2008	牛奶和奶粉中 16 种磺胺类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	101
GB/T 22967—2008	牛奶和奶粉中 β -雌二醇残留量的测定 气相色谱-负化学电离质谱法	113
GB/T 22968—2008	牛奶和奶粉中伊维菌素、阿维菌素、多拉菌素和乙酰氨基阿维菌素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	123
GB/T 22969—2008	奶粉和牛奶中链霉素、双氢链霉素和卡那霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	133
GB/T 22971—2008	牛奶和奶粉中安乃近代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	143
GB/T 22972—2008	牛奶和奶粉中噻苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、奥芬达唑、苯硫氨酯残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	153
GB/T 22973—2008	牛奶和奶粉中醋酸美仑孕酮、醋酸氯地孕酮和醋酸甲地孕酮残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	163
GB/T 22974—2008	牛奶和奶粉中氮氨菲啶残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	173
GB/T 22975—2008	牛奶和奶粉中阿莫西林、氨苄西林、哌拉西林、青霉素 G、青霉素 V、苯唑西林、氯唑西林、萘夫西林和双氯西林残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	181
GB/T 22976—2008	牛奶和奶粉中 α -群勃龙、 β -群勃龙、19-乙烯去甲睾酮和 epi-19-乙烯去甲睾酮残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	191
GB/T 22977—2008	牛奶和奶粉中保泰松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	201
GB/T 22978—2008	牛奶和奶粉中地塞米松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	209
GB/T 22979—2008	牛奶和奶粉中啉酰菌胺残留量的测定 气相色谱-质谱法	217
GB/T 22980—2008	牛奶和奶粉中氟胺烟酸残留量的测定 液相色谱-紫外检测法	225
GB/T 22981—2008	牛奶和奶粉中杆菌肽残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	233

GB/T 22982—2008	牛奶和奶粉中甲硝唑、洛硝唑、二甲硝唑及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	241
GB/T 22983—2008	牛奶和奶粉中六种聚醚类抗生素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	251
GB/T 22984—2008	牛奶和奶粉中卡巴氧和喹乙醇代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	263
GB/T 22985—2008	牛奶和奶粉中恩诺沙星、达氟沙星、环丙沙星、沙拉沙星、奥比沙星、二氟沙星和麻保沙星残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	273
GB/T 22986—2008	牛奶和奶粉中氢化泼尼松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	283
GB/T 22987—2008	牛奶和奶粉中呋喃它酮、呋喃西林、呋喃妥因和呋喃唑酮代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	291
GB/T 22988—2008	牛奶和奶粉中螺旋霉素、吡利霉素、竹桃霉素、替米卡星、红霉素、泰乐菌素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	303
GB/T 22989—2008	牛奶和奶粉中头孢匹林、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢唑肟残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	313
GB/T 22990—2008	牛奶和奶粉中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定 液相色谱-紫外检测法	323
GB/T 22991—2008	牛奶和奶粉中维吉尼霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	331
GB/T 22992—2008	牛奶和奶粉中玉米赤霉醇、玉米赤霉酮、己烯雌酚、己烷雌酚、双烯雌酚残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	341
GB/T 22993—2008	牛奶和奶粉中八种镇定剂残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	351
GB/T 22994—2008	牛奶和奶粉中左旋咪唑残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	363
GB/T 22995—2008	蜂蜜中链霉素、双氢链霉素和卡那霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	371
GB/T 22996—2008	人参中多种人参皂甙含量的测定 液相色谱-紫外检测法	381
GB 22997—2008	机床安全 小规格数控车床与车削中心	389
GB 22998—2008	机床安全 大规格数控车床与车削中心	424
GB/T 22999—2008	旋转式喷头	455
GB/T 23100—2008	电气用热固性树脂工业硬质玻璃纤维缠绕管	473
GB 23101.1—2008	外科植入物 羟基磷灰石 第1部分:羟基磷灰石陶瓷	480
GB 23101.2—2008	外科植入物 羟基磷灰石 第2部分:羟基磷灰石涂层	486
GB 23101.4—2008	外科植入物 羟基磷灰石 第4部分:涂层粘结强度的测定	493
GB 23102—2008	外科植入物 金属材料 Ti-6Al-7Nb 合金加工材	503
GB/T 23103—2008	太阳伞	509
GB/T 23104—2008	家用烹饪、烧烤及类似用途的便携式电器性能测试方法	521
GB/T 23105—2008	家用和类似用途电动水泵	545
GB/T 23106—2008	家用和类似用途毛发护理器具的性能测试方法	557
GB/T 23107—2008	家用和类似用途电热毯性能测试方法	573
GB/T 23108—2008	家用和类似用途电热垫性能测试方法	585
GB/T 23109—2008	家用和类似用途电器生态设计 电冰箱的特殊要求	593
GB/T 23110—2008	投光灯具光度测试	599



中华人民共和国国家标准

GB/T 22956—2008

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

Determination of praziquantel residue 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、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。

本标准等同采用 ISO 18531:2005
《食品中黄曲霉毒素 B₁ 的测定——
高效液相色谱法》

Determination of aflatoxin B₁ in food and feed by
high performance liquid chromatography (HPLC)

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 μm 。

5 仪器和设备

- 5.1 液相色谱-串联质谱联用仪:配有电喷雾(ESI)源。
- 5.2 离心机:转速大于或等于 4 000 r/min。
- 5.3 组织捣碎机。
- 5.4 匀浆机:转速大于或等于 8 000 r/min。
- 5.5 液体混合器。
- 5.6 超声波水浴。
- 5.7 固相萃取装置。
- 5.8 旋转蒸发仪。
- 5.9 天平:感量分别为 0.01 mg 和 0.01 g。

6 样品制备与保存

取样品中有代表性的可食部分约 500 g,用组织捣碎机粉碎,装入洁净容器作为试样,密封并做好标识,于 -18°C 冰箱内保存。

制样操作过程中应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

7 测定步骤

7.1 提取

准确称取 2 g 样品(准确至 0.01 g)至 50 mL 离心管中,加入 10 mL 乙酸乙酯,匀浆机上 8 000 r/min 均质 30 s,4 000 r/min 离心 5 min,上清液转移至 25 mL 比色管中;另取一 50 mL 离心管加入 10 mL 乙酸乙酯,洗涤匀浆刀头 10 s,洗涤液移入前一离心管中,用玻棒捣碎离心管中的沉淀,液体混合器上涡旋混合 2 min,4 000 r/min 离心 5 min,上清液合并至 25 mL 比色管,用乙酸乙酯定容至 25.0 mL,摇匀备用。

7.2 净化

准确移取 2.50 mL 样品提取液至蒸发瓶中,在 40°C 下旋转蒸发至干,用 2 mL 甲醇溶解,液体混合器上混旋 2 min,置超声波水浴中超声 5 min,该样液全部转移至碱性氧化铝净化柱(4.6)上,控制流速在 1 mL/min~2 mL/min,用 2 mL 甲醇淋洗净化柱,收集全部流出液并定量转移至浓缩瓶中, 40°C 下真空旋转蒸发至干,用 1.00 mL 乙腈溶解残渣,并置超声波水浴中超声振荡 1 min,加入 1.00 mL 水,置超声波水浴中超声振荡 1 min,0.2 μm 滤膜(4.11)过滤,供液相色谱-串联质谱测定。

7.3 测定条件

7.3.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱: Intersil C_8 , 5 μm , 150 mm $\times$ 2.1 mm(内径)或相当者;
- b) 柱温: 40°C ;
- c) 流动相: 乙腈-0.1%乙酸(4+6);
- d) 流速: 0.30 mL/min;
- e) 进样量: 10 μL 。

7.3.2 质谱参考条件

- a) 离子源: 电喷雾离子源;
- b) 扫描方式: 正离子扫描;
- c) 检测方式: 多反应监测模式(MRM);
- d) 监测离子对、定量离子对见表 1;

表 1 吡嗪酮的监测离子对和定量离子对

监测离子对(<i>m/z</i>)	定量离子对(<i>m/z</i>)
313/203,313/83	313/203

e) 雾化气、气帘气、辅助加热气、碰撞气均为高纯氮气或其他合适气体;使用前应调节各气体流量以使质谱灵敏度达到检测要求,喷雾电压、去集簇电压、碰撞能等电压值应优化至最佳灵敏度,参考质谱参数见表 2。

表 2 参考质谱参数

质谱参数	参 数 值
雾化气/kPa	448.2
气帘气/kPa	137.9
辅助加热气/kPa	517.1
碰撞气	中等
辅助加热气温度/℃	500
喷雾电压/V	5 000
去集簇电压/V	70
碰撞能/V	23(<i>m/z</i> 313/203),40(<i>m/z</i> 313/83)

7.3.3 液相色谱-串联质谱测定

7.3.3.1 定性测定

被测组分选择 1 个母离子,2 个子离子,在相同试验条件下,样品中待测物质的保留时间与标准溶液中对应的保留时间偏差在±2.5%之内;且样品谱图中被测组分监测离子的相对离子丰度与浓度接近的标准溶液谱图中对应的监测离子的相对离子丰度进行比较,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 <i>K</i>	<i>K</i> >50	20< <i>K</i> <50	10< <i>K</i> <20	<i>K</i> ≤10
允许的最大偏差	±20	±25	±30	±50

7.3.3.2 定量测定

在仪器最佳工作条件下,对基质混合标准工作溶液(4.10)进样,以峰面积为纵坐标,基质混合标准工作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。吡嗪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。吡嗪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 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

8 结果计算

河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中吡嗪酮残留量的测定结果按式(1)计算:

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

式中:

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

c ——从标准工作曲线得到的吡嗪酮溶液浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——样品溶液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品溶液所代表最终试样的质量,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。

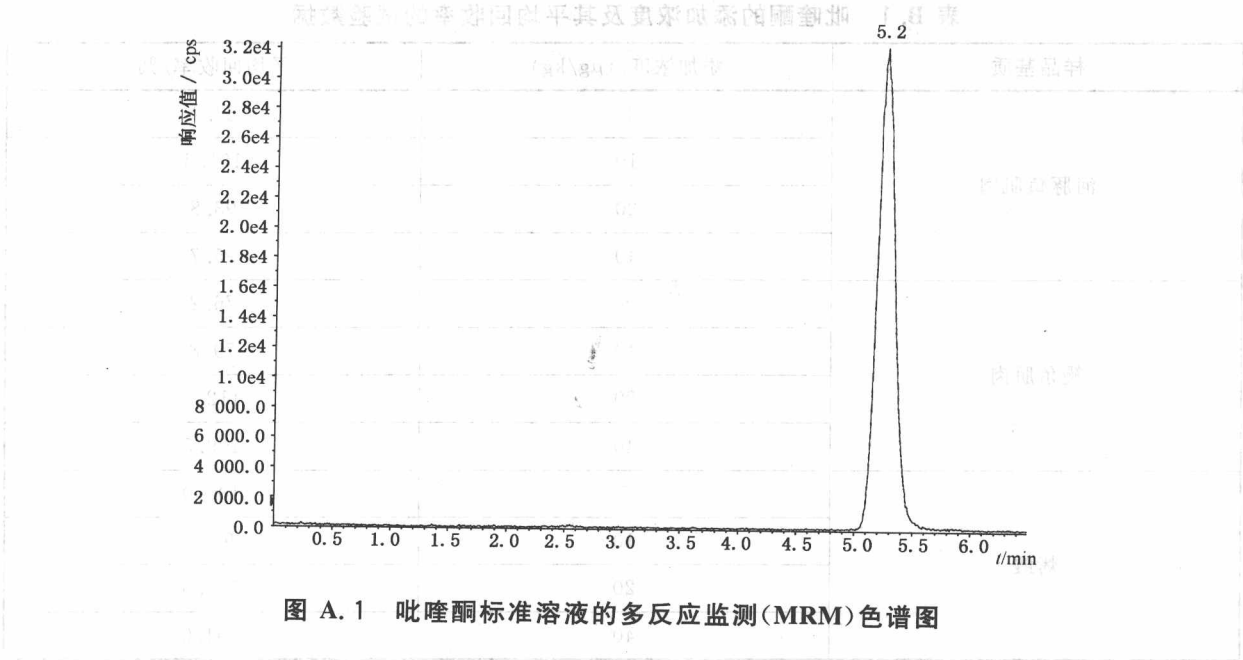
9.3 再现性

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。

附录 A
(资料性附录)

标准溶液的多反应监测(MRM)色谱图

吡嗪酮标准溶液的多反应监测(MRM)色谱图见图 A.1。



附 录 B
(资料性附录)

回 收 率

吡嗪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 吡嗪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



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

GB/T 22957—2008

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。

本标准按照 GB/T 1.1—2000 的规定编写。

本标准由秦皇岛出入境检验检疫局提出并归口。

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。

Determination of nine glucocorticoids residues in animal products by HPLC-MS/MS

2008-07-01

2008-07-01

2008-07-01

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
国家标准化管理委员会

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