

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 753—2024

海水 类固醇激素的测定 高效液相色谱- 串联质谱法

Seawater—Determination of steroid hormones—High performance liquid
chromatography mass spectrometric method

2024 - 06 - 25 发布

2024 - 07 - 01 实施

广西标准化协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 干扰和消除	1
6 试剂和材料	1
7 仪器和设备	2
8 样品	2
9 分析步骤	3
10 结果计算及表示	6
11 精密度和正确度	8
12 质量保证和质量控制	8
13 废物处置	8
14 试验报告	8
附录 A（规范性） 方法检出限和测定下限	9
附录 B（规范性） 精密度和正确度	10

前 言

本文件参照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广西环境科学学会提出、归口并宣贯。

本文件起草单位：广西壮族自治区海洋环境监测中心站、广西壮族自治区北海生态环境监测中心、上海第二工业大学、广东海洋大学、广西壮族自治区钦州生态环境监测中心、广西蓝合创讯数据科技有限公司。

本文件主要起草人：任朝兴、蓝文陆、韦业、房琴、龙慧琴、王其春、高桂兰、吴鑫、苏子幸、张文武、王永峰、廖丽、赵利容、张鹏、张际标、黄仕英、陈帅、吴茂银。

海水 类固醇激素的测定 高效液相色谱-串联质谱法

警示：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了测定海水中类固醇激素的高效液相色谱-串联质谱法。

本文件适用于海水中的雄激素（诺龙、表睾酮、甲睾酮、雄烯二酮）、孕激素（孕酮、炔诺酮、甲羟孕酮、甲地孕酮）、糖皮质激素（可的松、氢化可的松、地塞米松）和雌激素（雌酮、17- α 雌二醇、17 β -雌二醇、雌三醇）等15种类固醇激素的测定，其他类固醇激素经适用性验证可参照执行。当富集样品体积为1000 mL，浓缩后定容体积为1.0 mL，进样体积为5.0 μ L时，方法检出限为1.6 ng/L~3.9 ng/L，测定下限为6.4 ng/L~15.6 ng/L，按附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

采用固相萃取样前处理方法，用高效液相色谱-三重四极杆质谱仪（LC-MS/MS）检测海水中的类固醇激素化合物，按多反应监测（MRM）方式，根据保留时间和特征离子定性，内标法定量。

5 干扰和消除

5.1 当样品中存在基质干扰时，可通过优化色谱条件、稀释样品、减少进样体积以及对样品进行预处理等方式降低或消除。

5.2 当样品中存在同分异构体干扰测定时，可通过改变色谱条件提高分离度或选择不同的二级质谱子离子消除干扰。

6 试剂和材料

6.1 实验用水，GB/T 6682，一级。

6.2 乙酸乙酯（ $\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3$ ），色谱纯。

6.3 甲醇（ CH_3OH ），色谱纯。

6.4 氨水（ $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ ），优级纯。

6.5 氨水溶液：0.03%。取0.3 mL氨水（6.4）加入1000 mL水中。

6.6 乙酸乙酯/甲醇混合溶液：1:1（体积比）。

6.7 甲酸（ HCOOH ）： ρ （ HCOOH ）=1.22 g/mL，优级纯。

6.8 甲酸溶液：0.1%。取1 mL甲酸（6.7）加入1000 mL水中。

- 6.9 类固醇激素标准贮备液： $\rho=100\text{mg/L}$ 。可直接购买有证标准溶液，也可用固体标准物质制备。用甲醇（6.3）溶解并稀释至 100mg/L （参考浓度）。贮备液在 -20℃ 以下避光保存或参照制造商的产品说明，并在有效期内使用。使用时应恢复至室温，并摇匀。
- 6.10 类固醇激素标准使用液： $\rho=1.0\text{mg/L}$ 。将类固醇激素标准贮备液（6.9）用甲醇（6.3）稀释至 1.0mg/L （参考浓度）。现配现用。
- 6.11 内标储备液： $\rho=100\text{mg/L}$ 。采用睾酮- d_3 、孕酮- d_9 、氢化可的松- $1,2\text{-d}_2$ 、雌三醇- d_3 内标参照。应采用有证标准溶液或标准物质制备内标储备液，用甲醇（6.3）溶解并稀释至 100mg/L （参考浓度）。在 -20℃ 以下避光保存或参照制造商的产品说明，并在有效期内使用。使用时应恢复至室温，并摇匀。
- 6.12 内标使用液： $\rho=1.0\text{mg/L}$ 。将内标储备液（6.11）用甲醇（6.3）稀释至 1.0mg/L （参考浓度）。现配现用。
- 6.13 针式过滤器：滤膜为 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 尼龙或聚四氟乙烯材质。
- 6.14 滤膜： $0.7\text{ }\mu\text{m}$ 玻璃纤维滤膜，或相当者。
- 6.15 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

7 仪器和设备

- 7.1 采样瓶：1000mL棕色螺口玻璃瓶，瓶盖具聚四氟乙烯内垫。
- 7.2 高效液相色谱-三重四级杆质谱仪：配有电喷雾电离源（ESI），具备流动相梯度洗脱和质谱多反应监测功能。
- 7.3 色谱柱： C_{18} 反相高效液相色谱柱。 $1.7\text{ }\mu\text{m}$ ， $50\text{mm}\times 2.1\text{mm}$ （内径）或其他等效色谱柱。
- 7.4 固相萃取装置：自动或手动，流速可调节。
- 7.5 固相萃取柱：HLB柱，填料为二乙烯苯和N-乙烯基吡咯烷酮共聚物或等效萃取柱，规格为 $6\text{mL}/200\text{mg}$ 。
- 7.6 浓缩装置：旋转蒸发装置或K-D浓缩器、氮吹浓缩仪等性能相当的设备。
- 7.7 微量注射器或移液枪： $10\text{ }\mu\text{L}$ 、 $100\text{ }\mu\text{L}$ 、 1mL 、 5mL 。
- 7.8 涡旋混匀器。
- 7.9 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品采集与保存

用预先洗涤干净并烘干的采样瓶（7.1）采集水样。样品采集后在 4℃ 以下避光保存，7d内完成样品前处理。

8.2 试样制备

8.2.1 试样预处理

水样采用滤膜（6.14）过滤。

8.2.2 固相萃取

8.2.2.1 固相萃取柱活化

依次用 10mL 乙酸乙酯/甲醇混合液（6.6）、 10mL 甲醇（6.3）和 10mL 实验用水（6.1）以 $1\text{mL}/\text{min}$ 流速活化固相萃取柱（7.5），在活化过程中应确保小柱中填料表面不露出液面。

8.2.2.2 样品的富集

量取 1000mL 海水样，水样以约 $10\text{mL}/\text{min}$ 的流速通过固相萃取柱，若水样中目标物浓度较高，可根据实际情况减少样品体积。再用 10mL 水淋洗小柱，去除杂质，用氮气（6.15）吹干小柱。

8.2.2.3 样品的洗脱、浓缩和定容

用10mL乙酸乙酯/甲醇混合溶液(6.6)以1mL/min流速洗脱富集后的小柱,收集洗脱液。用浓缩装置(7.6)将上述洗脱液浓缩至1.0mL以下,用甲醇(6.3)定容至1.0mL,加入50 μ L内标使用液(6.12),使用涡旋混匀器(7.8)混匀后用针式过滤器(6.13)过滤,置于棕色进样瓶中,待测。

8.3 空白试样的制备

8.3.1 实验室空白

以实验用水(6.1)代替样品,按照与试样制备(8.2)相同操作步骤,制备实验室空白试样。

8.3.2 全程序空白

采集样品时应同时采集全程序空白样品。用干净的1L具塞磨口棕色玻璃瓶装满实验用水带至采样现场。采样时,将实验用水转移至采样瓶(7.1)中,充满采样瓶(7.1),作为全程序空白样品。

9 分析步骤

9.1 仪器调试

9.1.1 液相色谱参考条件

9.1.1.1 流动相:雄激素、孕激素和糖皮质激素流动相A甲酸溶液(6.8),流动相B甲醇(6.3);雌激素流动相A氨水溶液(6.5),流动相B甲醇(6.3)。流动相梯度及流速按表1和表2。

表1 液相色谱流动相梯度洗脱程序(雄激素、孕激素和糖皮质激素)

时间(min)	流速(mL/min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	0.2	95	5
0.5	0.2	95	5
7.5	0.2	5	95
11.0	0.2	5	95
11.1	0.2	95	5
12.5	0.2	95	5

表2 液相色谱流动相梯度洗脱程序(雌激素)

时间(min)	流速(mL/min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	0.3	90	10
1	0.3	90	10
3	0.3	45	55
4	0.3	45	55
8	0.3	30	70
9	0.3	5	95
10	0.3	5	95
10.1	0.3	90	10
12	0.3	90	10

9.1.1.2 柱温:40 $^{\circ}$ C。

9.1.1.3 进样体积：5.0 μ L。

9.1.2 质谱参考条件

9.1.2.1 电喷雾离子源（ESI），雄激素、孕激素、糖皮质激素采用正离子模式，雌激素采用负离子模式。

9.1.2.2 毛细管电压：4.0kV。

9.1.2.3 干燥气温度：350 $^{\circ}$ C。

9.1.2.4 干燥气流速：11L/min。

9.1.2.5 雾化气气压：1.72 $\times 10^5$ Pa（25psi）。

9.1.2.6 多反应监测（MRM）方式，具体条件按表3。

表3 目标化合物的多反应监测条件

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	驻留时间 (s)	锥孔电压 (V)	碰撞能 (eV)
雄激素	诺龙 (Nandrolone)	109.1*	0.021	35	25
		257.3		35	10
	雄烯二酮 (Androstenedione)	96.8	0.021	40	24
		108.9*		40	23
	表睾酮 (Epitestosterone)	96.9*	0.021	35	25
		108.9		35	27
	睾酮-D ₃ (Testosterone-D ₃)	97.0*	0.021	30	20
		109.0		30	25
	甲睾酮 (17-Methyltestosterone)	97.2	0.021	33	23
		109.2*		33	23
孕激素	炔诺酮 (Norethindrone)	109.1*	0.021	38	27
		231.1		38	20
	孕酮 (Progesterone)	97.1*	0.021	28	23
		297.1		28	16
	孕酮-D ₉ (Progesterone-D ₉)	100.2*	0.021	28	20
		113.1		28	20
	甲地孕酮 (Megestrol)	97.0*	0.021	25	25
		224.0		25	25
	甲羟孕酮 (Medroxyprogesterone)	97.1*	0.021	26	26
		123.2		26	24
糖皮质激素	可的松 (Cortisone)	121.0	0.021	30	27
		163.1*		30	25
	氢化可的松 (Hydrocortisone)	309.2	0.021	30	14
		327.2*		30	15
	氢化可的松-1,2-d ₂ (Cortisone-1,2-d ₂)	311.2	0.021	30	14
		329.2*		30	14
地塞米松 (Dexamethason)	355.2*	0.021	30	10	
	373.2		30	11	
雌激素	雌酮 (Estrone)	142.9	0.038	30	48
		144.9*		30	36

表3 目标化合物的多反应监测条件(续)

化合物名称		母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	驻留时间 (s)	锥孔电压 (V)	碰撞能 (eV)
雌激素	17- α 雌二醇 (17-alpha-Estradiol)	271.2	144.9*	0.038	30	40
			239.2		30	39
	17 β -雌二醇 (17-beat-Estradiol)	271.1	144.9*	0.038	30	40
			182.9		30	36
	雌三醇 (Estriol)	287.2	145.0	0.038	30	39
			171.0*		30	37
	雌三醇-D ₃ (Estriol-D ₃)	290.2	147.0*	0.038	25	40
			173.0		25	31

注：带*的为定量离子，对于不同质谱仪器，参数可能存在差异，测定前将质谱参数优化到最佳。

9.1.3 质谱仪的调谐

按照仪器说明书调谐仪器并确认仪器性能，仪器性能正常后测定样品。

9.2 标准曲线的建立

9.2.1 用微量注射器或移液枪(7.7)移取一定量类固醇激素标准使用液(6.10)和内标使用液(6.12)，用甲醇(6.3)稀释。配制至少5个浓度点的标准系列，质量浓度分别为0.5 μ g/L、1.0 μ g/L、2.0 μ g/L、5.0 μ g/L、10.0 μ g/L、20 μ g/L、50 μ g/L、100 μ g/L(此为参考浓度)，内标质量浓度均为50 μ g/L(此为参考浓度)，贮存在棕色进样瓶中，待测。标准曲线应临用现配。

9.2.2 在仪器最佳工作条件下，按照浓度从低到高的顺序上机测定，以目标化合物的质量浓度(μ g/L)为横坐标，以其对应的响应值与内标物响应值的比值和内标物浓度的乘积为纵坐标，建立标准曲线。

9.3 标准参考谱图

见图1、图2。

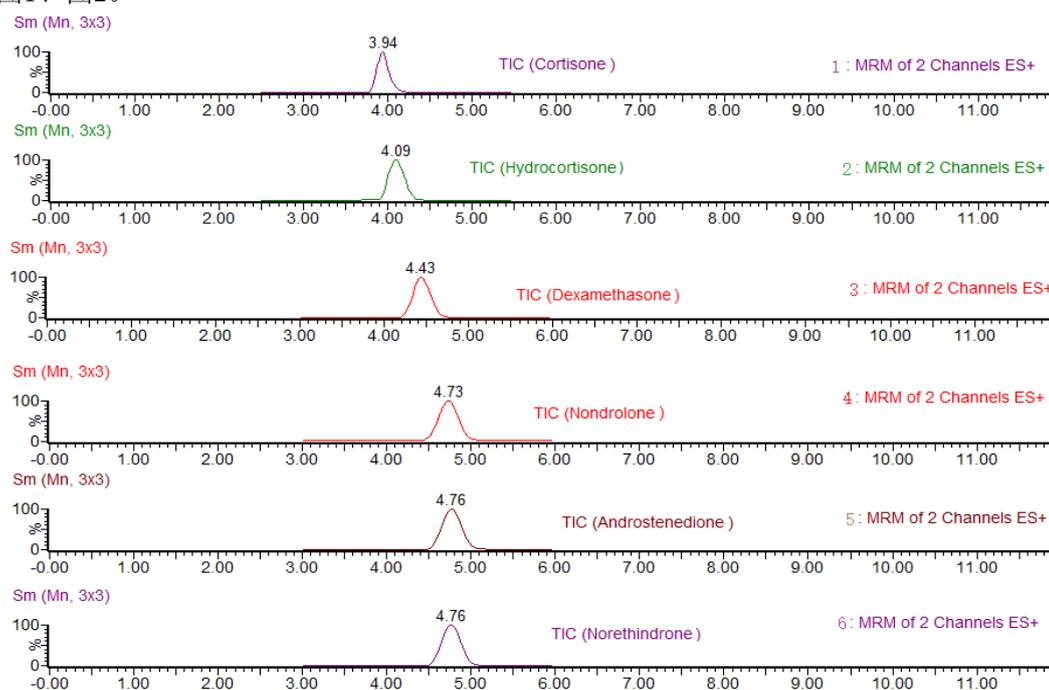


图1 类固醇激素的MRM色谱参考图(正离子模式)

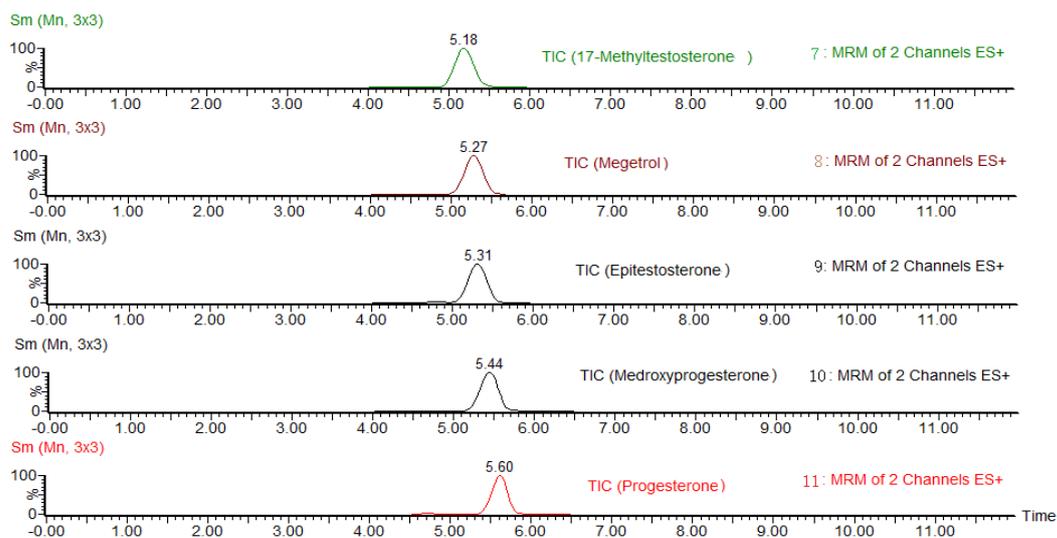


图1 类固醇激素的MRM色谱参考图（正离子模式）（续）

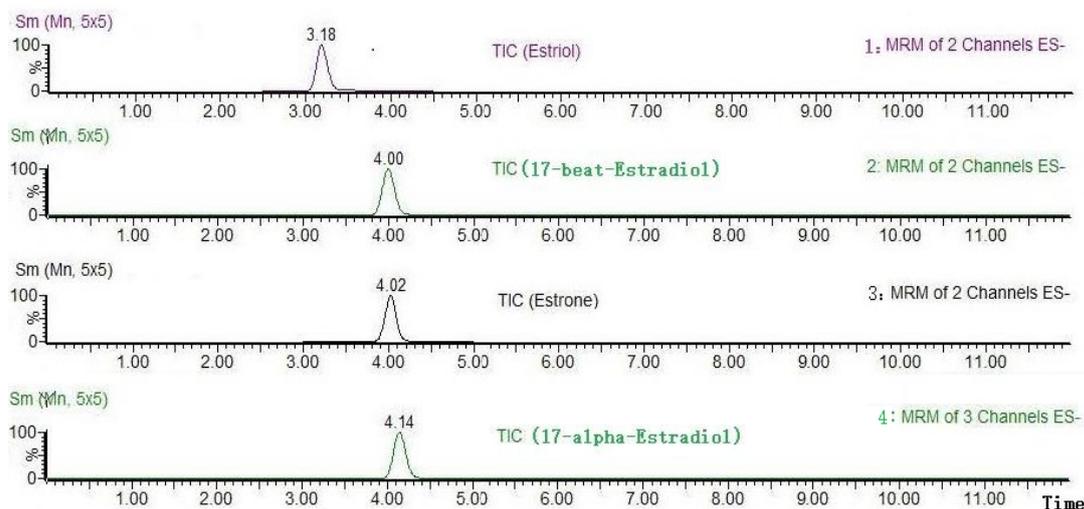


图2 类固醇激素的MRM色谱参考图（负离子模式）

9.4 试样测定

取待测试样（8.2）按照与绘制校准曲线相同的仪器分析条件进行测定。

9.5 空白试验

按照与试样测定（9.3）相同的操作步骤进行空白试样（8.3）的测定。

10 结果计算及表示

10.1 定性分析

在相同的实验条件下，样品中待测物质的保留时间与标准溶液的保留时间偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内；每种化合物的质谱定性离子至少应包括一个母离子和两个子离子，且样品中各组分定性离子的相对丰度（ K_{sam} ）与浓度接近的混合标准溶液中对应的定性离子的相对丰度（ K_{std} ）进行比较，偏差不超过表4规定的范围，则可判定为样品中存在对应的待测物。

表4 定性确证时离子的相对丰度最大允许偏差

离子的相对丰度 K_{std} (%)	$K_{std}>50$	$20<K_{std}\leq 50$	$10<K_{std}\leq 20$	$K_{std}\leq 10$
K_{sum} 最大允许偏差(%)	± 20	± 25	± 30	± 50

10.2 定量分析

采用内标法定量，根据平均相对响应因子计算。标准系列第*i*点目标化合物的相对响应因子RRF，按照公式(1)计算。

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{is}} \times \frac{\rho_{is}}{\rho_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

RRF_i ——标准系列中第*i*点目标化合物的相对响应因子，无量纲；

A_i ——标准系列中第*i*点目标化合物的峰面积（或峰高）；

A_{is} ——标准系列中第*i*点内标物的峰面积（或峰高）；

ρ_{is} ——标准系列中内标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_i ——标准系列中第*i*点目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ 。

目标化合物的平均相对响应因子 \overline{RRF} 用公式(2)计算。

$$\overline{RRF} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

\overline{RRF} ——目标化合物的平均相对响应因子，无量纲；

RRF_i ——标准系列中第*i*点目标化合物的相对响应因子，无量纲；

n ——标准系列点数。

试样中目标化合物的质量浓度按公式(3)计算。

$$\rho_x = \frac{A_x \times \rho_{is}}{A_{is} \times \overline{RRF}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_x ——试样中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

A_x ——试样中目标化合物的峰面积（或峰高）；

A_{is} ——试样中内标物的峰面积（或峰高）；

ρ_{is} ——试样中内标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

\overline{RRF} ——目标化合物的平均相对响应因子，无量纲；

样品中目标化合物的质量浓度按公式(4)计算。

$$\rho_s = \frac{\rho_x \times V_1}{V_0} \times D \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ρ_s ——样品中目标化合物的质量浓度，单位为纳克每升（ ng/L ）；

ρ_x ——试样中目标化合物的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V_1 ——试样定容体积，单位为毫升（ mL ）；

V_0 ——取样体积，单位为升（ L ）；

D ——稀释倍数。

10.3 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留三位有效数字。

11 精密度和正确度

见附录B。

12 质量保证和质量控制

12.1 空白分析

12.1.1 每次分析至少做 1 个试剂空白和实验室空白。

12.1.2 全程序空白应每批样品做 1 个，前处理条件或试剂变化时均应重新做全程序空白。

12.1.3 各类空白中检出每个目标化合物的浓度不应超过方法检出限。

12.2 平行样的测定

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少分析 1 个平行样，平行样相对偏差 $\leq 30\%$ 。

12.3 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少分析 1 个基体加标样，加标回收率应在 $50\% \sim 130\%$ 。

12.4 校准

12.4.1 标准曲线的相关系数 $r \geq 0.995$ ，标准系列目标物相对响应因子的相对标准偏差应 $\leq 20\%$ 。

12.4.2 选择标准曲线的中间浓度点进行连续校准，每分析 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）进行 1 次连续校准，测定结果相对偏差 $\leq 20\%$ ，否则需重新建立标准曲线。

13 废物处置

实验过程中产生的废弃物应分类收集，集中保管，并做好相应标识，依法委托有资质单位进行处置。

14 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(规范性)
方法检出限和测定下限

表A.1给出了本方法中目标化合物的检出限和测定下限。

表A.1 方法的检出限和测定下限

序号	化合物名称	CAS号	检出限 (ng/L)	测定下限 (ng/L)
1	诺龙 (Nandrolone)	434-22-0	2.0	8.0
2	雄烯二酮 (Androstenedione)	63-05-8	2.2	8.8
3	表睾酮 (Epitestosterone)	481-30-1	2.7	10.8
4	甲睾酮 (17-Methyltestosterone)	58-18-4	2.3	9.2
5	炔诺酮 (Norethindrone)	68-22-4	2.7	10.8
6	孕酮 (Progesterone)	57-83-0	2.1	8.4
7	甲地孕酮 (Megestrol)	3562-63-8	2.5	10.0
8	甲羟孕酮 (Medroxyprogesterone)	520-85-4	2.5	10.0
9	可的松 (Cortisone)	53-06-5	1.9	7.6
10	氢化可的松 (Hydrocortisone)	50-23-7	3.9	15.6
11	地塞米松 (Dexamethason)	50-02-2	2.5	10.0
12	雌酮 Estrone	53-16-7	1.9	7.6
13	17- α 雌二醇 (17- α -Estradiol)	57-91-0	1.6	6.4
14	17- β 雌二醇 (17- β -Estradiol)	50-28-2	1.7	6.8
15	雌三醇 (Estriol)	50-27-1	1.8	7.2

附 录 B
(规范性)
精密度和正确度

表B.1 规定了方法重复性、再现性等精密度指标。表B.2 规定了方法正确度指标。

表B.1 方法的精密度

化合物名称	精密度统计结果					
	加标浓度 (ng/L)	总均值 (ng/L)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 _r (ng/L)	再现性限 _R (ng/L)
诺龙 (Nandrolone)	10	7.4	4.2~8.5	18.4	1.5	4.1
	20	17.2	3.8~6.8	20.2	2.9	9.9
	50	42.8	2.9~6.4	24.4	6.4	29.8
雄烯二酮 (Androstenedione)	10	8.6	5.9~8.5	9.1	1.7	4.1
	20	17.8	4.3~13.4	12.8	4.3	9.9
	50	49.4	2.3~13.1	9.8	10.6	29.8
表睾酮 (Epitestosterone)	10	7.5	3.4~7.6	4.9	1.0	1.4
	20	18.5	3.7~5.5	18.1	2.2	9.6
	50	44.6	3.6~7.7	17.2	7.1	22.5
甲睾酮 (17-Methyltestosterone)	10	8.1	2.1~5.2	17.9	0.9	4.2
	20	14.0	1.5~5.3	15.4	1.7	6.2
	50	37.9	1.3~9.0	7.5	6.3	9.8
炔诺酮 (Norethindrone)	10	8.4	3.9~6.5	28.4	1.3	6.3
	20	15.8	2.6~6.6	25.3	2.3	11.6
	50	40.8	1.9~9.0	23.9	8.1	28.4
孕酮 (Progesterone)	10	8.5	3.6~13.6	20.5	2.1	5.2
	20	15.9	2.0~5.5	19.9	1.7	9.0
	50	41.4	2.1~4.7	20.4	3.8	23.7
甲地孕酮 (Megestrol)	10	9.1	3.3~8.6	23.3	1.4	6.1
	20	15.6	2.3~7.7	23.9	2.4	10.7
	50	40.4	2.3~7.7	27.8	5.8	32.0
甲羟孕酮 (Medroxyprogesterone)	10	8.3	4.0~7.5	27.0	1.4	6.4
	20	16.4	1.8~9.3	29.1	3.7	13.7
	50	40.8	1.1~6.6	24.2	5.6	28.2
可的松 (Cortisone)	10	7.4	3.4~9.4	22.6	1.2	4.8
	20	15.4	2.0~6.7	20.5	2.0	9.0
	50	42.2	1.8~9.7	14.2	5.8	17.6
氢化可的松 (Hydrocortisone)	10	7.5	2.0~9.7	25.0	1.5	5.4
	20	17.2	3.2~8.5	20.8	3.2	10.3
	50	39.5	2.1~9.5	26.8	7.2	30.4

表 B.1 方法的精密度 (续)

化合物名称	精密度统计结果					
	加标浓度 (ng/L)	总均值 (ng/L)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限r (ng/L)	再现性限R (ng/L)
地塞米松 (Dexamethason)	10	8.0	2.0~6.9	15.9	1.1	3.7
	20	17.9	2.0~9.4	18.4	2.4	9.4
	50	42.0	2.9~4.8	17.0	4.9	20.5
雌酮 (Estrone)	10	8.3	3.2~6.0	16.5	1.0	3.9
	20	17.8	1.4~5.0	19.0	1.8	9.7
	50	42.6	1.9~5.0	28.7	4.4	34.4
17- α 雌二醇 (17-alpha-Estradiol)	10	7.9	3.3~5.7	22.0	1.1	4.8
	20	17.5	1.3~7.0	21.9	2.6	11.0
	50	41.9	2.6~5.9	26.1	4.7	30.8
17 β -雌二醇 (17-beat-Estradiol)	10	7.8	4.0~5.8	21.1	1.0	4.7
	20	17.6	2.3~5.6	22.9	2.2	11.4
	50	40.7	2.8~8.1	28.0	6.7	32.4
雌三醇 (Estriol)	10	8.6	3.4~7.1	18.3	1.3	4.6
	20	15.9	3.1~10.3	25.1	1.6	11.3
	50	41.4	2.4~4.8	26.7	3.9	31.0

表B.2 方法的正确度

化合物名称	加标量 (ng)	加标回收率范围 (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
诺龙 (Nandrolone)	10	60.7~97.2	76.4 \pm 26.5
	20	60.6~111	85.2 \pm 33.6
	50	62.3~109	82.7 \pm 37.4
雄烯二酮 (Androstensdione)	10	77.7~94.2	87.8 \pm 14.4
	20	73.8~104	91.1 \pm 24.5
	50	86.4~114	98.9 \pm 19.3
表睾酮 (Epitestosterone)	10	69.0~78.5	77.6 \pm 6.9
	20	66.7~114	92.7 \pm 33.8
	50	72.0~115	90.6 \pm 35.2
甲睾酮 (17-Methyltestosterone)	10	76.3~107	81.4 \pm 29.0
	20	53.2~84.6	70.0 \pm 21.5
	50	67.8~85.0	75.8 \pm 11.3
炔诺酮 (Norethindrone)	10	64.2~90.8	81.7 \pm 44.2
	20	61.2~111	80.2 \pm 37.7
	50	61.5~113	81.6 \pm 39.0
孕酮(黄体酮) (Progesterone)	10	74.3~118	84.7 \pm 34.9
	20	57.7~93.3	79.6 \pm 31.5
	50	61.2~105	82.8 \pm 33.4

表 B.2 方法的正确度 (续)

化合物名称	加标量 (ng)	加标回收率范围 (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
甲地孕酮 (Megetrol)	10	64.7~123	91.2±42.6
	20	51.3~99.3	77.9±37.0
	50	52.8~113	80.8±45.3
甲羟孕酮 (Medroxyprogesterone)	10	60.8~123	82.9±44.8
	20	54.4~119	81.7±47.3
	50	63.3~105	81.6±39.3
可的松 (Cortisone)	10	57.7~102	73.5±33.6
	20	58.4~104	77.0±31.9
	50	69.0~99.2	84.4±23.8
氢化可的松 (Hydrocortisone)	10	56.2~105	75.1±37.5
	20	61.0~112	85.7±35.4
	50	54.9~116	79.0±42.3
地塞米松 (Dexamethason)	10	70.3~105	82.8±25.5
	20	65.8~110	89.1±33.0
	50	68.1~106	85.0±28.8
雌酮 (Estrone)	10	66.7~103	82.6±27.4
	20	67.6~115	88.8±34.0
	50	59.1~123	85.1±48.7
17- α 雌二醇 (17-alpha-Estradiol)	10	57.5~104	79.3±34.9
	20	61.8~118	87.6±38.8
	50	53.9~115	83.8±43.4
17 β -雌二醇 (17-beta-Estradiol)	10	59.5~106	78.4±33.3
	20	58.2~115	87.8±40.2
	50	54.6~119	81.4±45.6
雌三醇 (Estriol)	10	68.5~112	85.8±31.1
	20	57.6~115	79.2±39.8
	50	61.5~123	82.7±43.9

中华人民共和国团体标准

海水 类固醇激素的测定 高效液相色谱-串联质谱法

T/GXAS 753—2024

广西标准化协会统一印制

版权专有 侵权必究