

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2458—2010

进出口食品中十三吗啉残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of tridemorph residues in foods for import and export—
LC-MS/MS method

2010-01-10 发布

2010-07-16 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准负责起草单位：中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：艾连峰、王凤池、段文仲、郭春海、陈瑞春、李玮。

进出口食品中十三吗啉残留量的测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了进出口食品中十三吗啉残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于苹果、菠菜、姜、小麦、花生、牛肉、鸡肝、鱼肉、大豆、蜂蜜、奶和茶叶中十三吗啉残留量的检测和确证。

2 方法提要

样品中的分析物用乙酸乙酯或乙腈-乙酸乙酯提取，提取液浓缩后经石墨化炭黑/氨基固相萃取柱或凝胶色谱净化后，用液相色谱-质谱/质谱测定，外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外，试剂均为分析纯，水为去离子水。

- 3.1 乙腈，高效液相色谱级。
- 3.2 甲醇，高效液相色谱级。
- 3.3 乙酸乙酯。
- 3.4 环己烷。
- 3.5 甲苯。
- 3.6 乙腈-乙酸乙酯(50+50, 体积比): 等体积的乙腈和乙酸乙酯互溶。
- 3.7 乙腈-甲苯(3+1, 体积比): 取 30 mL 乙腈和 10 mL 甲苯, 混合均匀。
- 3.8 乙酸乙酯-环己烷(50+50, 体积比): 等体积的乙酸乙酯和环己烷互溶。
- 3.9 0.1% 甲酸水溶液: 取 1 mL 甲酸, 用水于定容至 1 L, 混匀。
- 3.10 标准品: 十三吗啉($C_{19}H_{39}NO$, CAS 编号: 81412-43-3) 纯度大于等于 98%。
- 3.11 标准储备液: 精确称取适量标准品, 用乙腈配制成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。此溶液 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷冻保存。
- 3.12 标准工作液: 取适量标准储备液(3.11)用乙腈配制成浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液, 此溶液 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷冻保存。
- 3.13 石墨化炭黑柱/氨基柱组合柱: 500 mg, 6 mL; 或石墨化炭黑柱(500 mg, 6 mL)与氨基柱(500 mg, 3 mL)按照从上到下串联使用, 使用前用 3 mL 乙腈-甲苯(3.7)活化。
- 3.14 0.45 μm 有机滤膜。

4 仪器和设备

- 4.1 高效液相色谱-质谱/质谱仪: 配有电喷雾离子源(ESI)。
- 4.2 凝胶色谱仪。
- 4.3 分析天平: 感量为 0.01 g, 0.1 mg。
- 4.4 均质器。
- 4.5 离心机。
- 4.6 氮吹仪。