

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3860—2014

出口食品中吡蚜酮残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of pymetrozine residues in food for export—
LC-MS/MS method

2014-01-13 发布

2014-08-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国陕西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：邹阳、李建华、孔祥虹、李高华、吴双民、何强、张莹、付骋宇、李莹。

出口食品中吡蚜酮残留量的测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了出口食品中吡蚜酮残留量的液相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于苹果、桃、大米、玉米、杏仁、菠菜、牛奶、鸡蛋、猪肉、猪肝中吡蚜酮残留量的测定和确证。

2 方法提要

试样中的吡蚜酮用1:9的氨水-乙腈提取,经固相萃取柱净化后,采用液相色谱-质谱/质谱检测,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为超纯水。

3.1 乙腈:色谱级。

3.2 甲醇:色谱级。

3.3 正己烷:色谱级。

3.4 氯化钠。

3.5 氨水:质量分数为25%~28%。

3.6 氨水:0.2%,取4.0 mL氨水(3.5),用超纯水稀释至500 mL,混匀。

3.7 氨水-乙腈(10+90,体积比):取100 mL氨水(3.5),加入900 mL乙腈(3.1),混匀。

3.8 乙腈饱和正己烷溶液,取200 mL正己烷(3.3)于250 mL分液漏斗中,加入少量乙腈(3.1),剧烈振荡数分钟,静止分层,弃去下层乙腈层即得。

3.9 甲醇水溶液(10+90,体积比):取100 mL甲醇(3.2),加入900 mL超纯水,混匀。

3.10 吡蚜酮标准品(pymetrozine, $C_{10}H_{11}N_5O$, CAS编号:123312-89-0);纯度大于等于99.9%。

3.11 标准储备液:准确称取一定量的吡蚜酮标准品(3.10),用甲醇溶解,配成1 000 mg/L的标准储备液,于-18℃以下避光保存。

3.12 标准工作溶液:准确移取标准储备溶液(3.11)1.0 mL于100 mL棕色容量瓶中,用甲醇定容至刻度,浓度为10.0 mg/L,于-18℃以下避光保存。

3.13 基质标准工作溶液:移取不同体积的标准工作溶液(3.12),用空白样品提取液配成浓度为5 ng/mL、10 ng/mL、25 ng/mL的基质标准工作溶液。现用现配。

3.14 C_{18} 固相萃取柱:500 mg,3 mL。

4 仪器和设备

4.1 液相色谱-质谱/质谱仪:带电喷雾离子源(ESI)。

4.2 电子天平:感量0.1 mg和0.01 g。