

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3622—2013

出口食品中 2-氯苯胺含量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of 2-chloroaniline in foodstuffs for export—
LC/MS/MS method

2013-08-30 发布

2014-03-01 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。

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这些专利的责任。

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：中华人民共和国厦门出入境检验检疫局技术中心。

本标准主要起草人：郑向华、徐敦明、王伟、林立毅、陈鹭平、周昱。

出口食品中 2-氯苯胺含量的测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了出口食品中 2-氯苯胺含量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于大米、鲜香菇、茶叶、青刀豆、芒果、大葱、胡萝卜、菠菜、罗非鱼、猪肉、虾肉、猪肝中 2-氯苯胺含量的检测和确证。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 方法提要

试样中的 2-氯苯胺用乙腈提取，混合型阳离子交换固相萃取小柱净化，液相色谱-质谱/质谱仪检测和确证，外标法定量。

4 试剂和材料

除特殊说明外，所用试剂均为分析纯，水为符合 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 甲酸：色谱纯。

4.4 氯化钠。

4.5 无水硫酸钠：使用前 650 °C 灼烧 4 h，置干燥器中备用。

4.6 氨水：36% (质量浓度)。

4.7 乙酸：色谱纯。

4.8 甲酸水溶液(0.1%)：移取 1.0 mL 甲酸(4.3)，用水稀释，并定容至 1 L。

4.9 氨化甲醇(5+95, 体积比)：量取 5 mL 氨水(4.6)和 95 mL 甲醇(4.2)，混匀。

4.10 乙酸-水(5+95, 体积比)：量取 5 mL 乙酸(4.7)和 95 mL 水，混匀。

4.11 0.1% 甲酸水-乙腈(1+1, 体积比)：量取 100 mL 0.1% 甲酸水(4.8)，加入 100 mL 乙腈(4.1)，混合备用。

4.12 标准物质：2-氯苯胺(o-chloroaniline, CAS 号：95-51-2)，分子式： C_6H_5ClN ，纯度大于或等于 99.0%。

4.13 标准储备溶液：称取 10 mg (精确到 0.1 mg) 2-氯苯胺的标准品，用甲醇溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中，配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液，于 4 °C 下避光保存。标准储备溶液 6 个月内稳定。