

ICS 67.050

X 04

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 3991—2020

食品中溴氰虫酰胺残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of cyantraniliprole residue in foods—Liquid chromatography-tandem
mass spectrometry

地方标准信息服务平台

2020 - 06 - 08 发布

2020 - 07 - 08 实施

山东省市场监督管理局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由青岛海关提出、归口并组织实施。

本标准起草单位：青岛海关技术中心、黄岛海关。

本标准主要起草人：崔淑华、郭庆龙、张谦、刘宏玉、张雪琰、刘成帅、崔伟佳、李洲、辛文。

地方标准信息服务平台

食品中溴氰虫酰胺残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了食品中溴氰虫酰胺残留量的液相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于大米、玉米、甘蓝、番茄、洋葱、干辣椒、苹果、猪肉、鸡肝、牛奶、鸡蛋中溴氰虫酰胺残留量的测定，其它食品可参照执行。

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，仅所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 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样经乙腈提取，分散固相萃取净化（油脂含量高的样品须先用乙腈饱和正己烷去脂和冷冻去脂）后，用液相色谱-质谱/质谱仪测定，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682中规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 乙腈（ CH_3CN ，75-05-8）：色谱纯。

4.1.2 甲醇（ CH_3OH ，67-56-1）：色谱纯。

4.1.3 正己烷（ C_6H_{14} ，110-54-3）：色谱纯。

4.1.4 乙酸铵（ $\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}_2$ ，631-61-8）：色谱纯。

4.1.5 氯化钠（ NaCl ，7647-14-5）：用前在450℃灼烧4h，冷却后密封备用。

4.1.6 无水硫酸镁（ MgSO_4 ，7487-88-9）：用前在650℃灼烧4h，贮藏干燥器中，冷却后备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 乙腈饱和正己烷溶液：取适量乙腈加入正己烷中，剧烈振摇，静置至出现明显分层，弃去乙腈层备用。

4.2.2 乙酸铵溶液（5 mmol/L）：称取0.385 g乙酸铵用水溶解并定容至1 L。

4.3 标准品

溴氰虫酰胺（Cyantraniliprole, $\text{C}_{19}\text{H}_{14}\text{BrClN}_6\text{O}_2$ ，CAS号：736994-63-1），纯度 $\geq 98.0\%$ 。