

# SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2216—2008

---

进出口动物源食品中秋水仙  
碱残留量的检测方法  
液相色谱-质谱/质谱法

Determination of colchicine residues in foodstuffs of  
animal origin for import and export—  
LC-MS/MS method

2008-11-18 发布

2009-06-01 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。

本标准由中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：谢文、丁慧瑛、奚君阳、岳振峰、陈笑梅、钱艳。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

# 进出口动物源食品中秋水仙碱残留量的检测方法

## 液相色谱-质谱/质谱法

### 1 范围

本标准规定了动物食品中秋水仙碱残留量检测的制样和液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于鱼、鸭肉、牛肉、牛肝、牛肾和牛奶中秋水仙碱残留量的检测。

### 2 方法提要

在磷酸盐缓冲溶液(pH8)条件下,用二氯甲烷提取样品中秋水仙碱,再用 $C_{18}$ 固相萃取小柱净化,液相色谱-质谱/质谱测定和确证,外标法定量。

### 3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

3.1 乙腈:高效液相色谱级。

3.2 正己烷:高效液相色谱级。

3.3 二氯甲烷:高效液相色谱级。

3.4 甲醇:高效液相色谱级。

3.5 甲酸:高效液相色谱级。

3.6 磷酸二氢钠。

3.7 氢氧化钠。

3.8 无水硫酸钠:650℃灼烧4h,在干燥器内冷却至室温,贮于密封瓶中备用。

3.9 甲醇水溶液:甲醇-水(4+6,体积比)。

3.10 0.15%甲酸溶液:移取0.15 mL用水稀释至100 mL。

3.11 磷酸盐缓冲溶液:溶解13.8 g磷酸二氢钠于950 mL水中,用0.1 mol/L氢氧化钠溶液调节溶液pH值到8.0,最后用水稀释至1 L。

3.12 秋水仙碱标准品(colchicine, CAS号为64-86-8,  $C_{22}H_{25}NO_6$ ):纯度大于等于95%。

3.13 秋水仙碱标准储备溶液:称取适量标准品(3.12),用甲醇溶解,溶液浓度为100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。-18℃避光冷冻保存。有效期1个月。

3.14 标准工作溶液:根据需要用空白样品溶液将标准储备液稀释成适当浓度的秋水仙碱标准溶液。临用前配置。

3.15 无水硫酸钠柱:80 mm×40 mm(内径)筒形漏斗,底部垫5 mm脱脂棉,再装40 mm无水硫酸钠。

3.16 固相萃取柱: $C_{18}$ ,500 mg,3 mL或相当者;使用前用5 mL甲醇和5 mL水预洗,保持柱体湿润。

3.17 有机相微孔滤膜:0.45  $\mu\text{m}$ 。

### 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。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 粉碎机。