

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3264—2012

出口食品中鱼藤酮和印楝素残留量 的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of rotenone and azadirachtin residues in food for export—
LC-MS/MS method

2012-10-23 发布

2013-05-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

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：中华人民共和国福建出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：杨方、张峰、童玉贵、刘正才、赵建晖、薛芝敏。

出口食品中鱼藤酮和印楝素残留量 的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了出口食品中鱼藤酮和印楝素残留量的液相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于大米、花椰菜、苹果、木耳、茶叶、蜂蜜、猪肝、鱼肉、虾肉、鸡肉、牛奶中鱼藤酮和印楝素残留量的测定和确证。

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

试样中残留的鱼藤酮和印楝素采用乙腈提取,提取液经氯化钠盐析后经正己烷除脂,以聚苯乙烯-二乙烯基苯-吡咯烷酮聚合物填料的固相萃取小柱净化,液相色谱-质谱/质谱仪检测及确证,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 正己烷:色谱纯。

4.3 甲醇:色谱纯。

4.4 甲酸:色谱纯。

4.5 氯化钠。

4.6 乙酸铵。

4.7 碳酸氢钠。

4.8 饱和碳酸氢钠溶液:称取一定量碳酸氢钠溶于水中至饱和。

4.9 5 mmol/L 乙酸铵缓冲液:称取 0.38 g 乙酸铵溶于 800 mL 水中,加入 2 mL 甲酸,以水定容至 1 000 mL。

4.10 标准物质(鱼藤酮:英文名 Rotenone,分子式 $C_{23}H_{22}O_6$,CAS No. 83-79-4,相对分子质量 394.42;印楝素:英文名 Azadirachtin,分子式 $C_{35}H_{44}O_{16}$,CAS No. 11141-17-6,分子量 720.71):纯度 $\geq 98\%$ 。

4.11 鱼藤酮和印楝素标准贮备液(100 mg/L):准确称取 0.010 0 g 鱼藤酮和印楝素标准物质,用甲醇溶解并定容至 100 mL,该标准储备液于 4 °C 避光保存不超过 1 个月。

4.12 鱼藤酮和印楝素标准工作液:根据需要取适量标准贮备液,以 20% 乙腈水溶液稀释成适当浓度的标准工作液,临用现配。