

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4066—2014

出口食品中灭螨醌和羟基灭螨醌残留 量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of acequinocyl and hydroxyacequinocyl residues in
food for export—LC-MS/MS method

2014-11-19 发布

2015-05-01 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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、中华人民共和国北京出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：应晓虹、郝欣、高海波、张萌萌、吴莉莉、孙军、张松成。

出口食品中灭螨醌和羟基灭螨醌残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了出口食品中灭螨醌和羟基灭螨醌残留量测定的液相色谱-质谱/质谱分析方法。

本标准适用于牛肉、鸡肉、鸡肝、鱼、牛奶、蚕豆、黄瓜、白菜、桃子、核桃、大米、茶叶等食品中灭螨醌和羟基灭螨醌残留量的定量测定和确证。

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

试样中的灭螨醌和羟基灭螨醌残留用甲酸-乙腈溶液提取,提取液经弗罗里硅土固相萃取柱净化,采用液相色谱-质谱/质谱仪检测,外标法定量。

4 试剂和材料

所有试剂除特殊注明外,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 甲酸:色谱纯。

4.3 正己烷:色谱纯。

4.4 丙酮:色谱纯。

4.5 甲醇:色谱纯。

4.6 氯化钠。

4.7 甲酸-乙腈溶液(5+1 000,体积比):用量筒量取 1 000 mL 乙腈,加入 5 mL 甲酸,混匀备用。

4.8 正己烷-丙酮溶液(80+20,体积比):用量筒量取 80 mL 正己烷和 20 mL 丙酮,混匀备用。

4.9 甲酸-甲醇-水溶液(5+500+500,体积比):用量筒量取甲醇和水各 500 mL,再加入 5 mL 甲酸,混匀备用。

4.10 灭螨醌和羟基灭螨醌标准品:灭螨醌标准品:纯度 98%,CAS 号:57960-19-7,分子式: $C_{24}H_{32}O_4$;羟基灭螨醌标准品:纯度 99%,CAS 号:57960-31-3,分子式: $C_{22}H_{30}O_3$ 。

4.11 灭螨醌和羟基灭螨醌标准储备溶液:分别准确称取适量灭螨醌和羟基灭螨醌标准品(4.10),灭螨醌用乙腈配制成浓度为 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液,羟基灭螨醌用丙酮配制成浓度为 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液,于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 以下避光保存,有效期两个月。

4.12 灭螨醌和羟基灭螨醌混合标准工作溶液:使用前,分别准确吸取适量灭螨醌和羟基灭螨醌标准储备溶液(4.11),用甲酸-乙腈溶液(4.7)配制成适当浓度的混合标准工作溶液。标准工作溶液应现用现