

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3871—2014

出口紫菜、海带、羊栖菜中六溴环十二烷 含量的测定

Determination of hexabromocyclododecane in porphyra, kelp and
sargassum for export

2014-11-19 发布

2015-05-01 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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：韩超、来燕芳、吴莉莉、刘翠平、朱振瓯、刘滨、陈祥准。

出口紫菜、海带、羊栖菜中六溴环十二烷 含量的测定

1 范围

本标准规定了出口紫菜、海带、羊栖菜中三种六溴环十二烷异构体(α -HBCD、 β -HBCD 和 γ -HBCD)残留量液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)测定方法。

本标准适用于紫菜、海带、羊栖菜中 α -HBCD、 β -HBCD 和 γ -HBCD 残留量的检测和确证。

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

样品中的六溴环十二烷经正己烷-丙酮混合液索氏提取,固相萃取柱净化后,用液相色谱-串联质谱测定,内标法定量。

4 试剂与材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 二氯甲烷。

4.2 正己烷。

4.3 丙酮。

4.4 甲醇:色谱纯。

4.5 乙腈:色谱纯。

4.6 正己烷-丙酮(1+1)溶液:量取 500 mL 正己烷到 1 000 mL 容量瓶中,用丙酮定容至刻度。

4.7 二氯甲烷-正己烷(2+3)溶液:量取 400 mL 二氯甲烷到 1 000 mL 容量瓶中,用正己烷定容至刻度。

4.8 α -HBCD($C_{12}H_{18}Br_6$, CAS 号: 134237-50-6), β -HBCD(CAS 号: 134237-51-7)和 γ -HBCD($C_{12}H_{18}Br_6$, $C_{12}H_{18}Br_6$, CAS 号: 134237-52-8)标准品:浓度均为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.9 α -HBCD, β -HBCD 和 γ -HBCD 标准储备溶液:吸取标准品溶液(4.8),用甲醇稀释,分别配制成浓度为 1 000 ng/mL 的标准储备溶液。

4.10 $^{13}\text{C}_{12}$ - β -HBCD 标准品:浓度为 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.11 $^{13}\text{C}_{12}$ - β -HBCD 标准储备溶液:吸取标准品溶液(4.10),用甲醇稀释,配制成浓度为 1 000 ng/mL 的标准储备溶液。

4.12 含有同位素内标的混合系列标准工作溶液:吸取适量标准储备溶液(4.9)以及内标标准储备溶液(4.11),用甲醇稀释,配制成 α -HBCD、 β -HBCD 和 γ -HBCD 浓度范围为 5 ng/mL~50 ng/mL 的系列混