

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1928—2007

进出口动物源性食品中硝基咪唑残留量 检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

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

2007-05-23 发布

2007-12-01 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、附录 B、附录 C 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。

本标准起草单位：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：荣会、牟峻、张代辉、林黎明、张鸿伟、马书民、周晓、赵庆松。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口动物源性食品中硝基咪唑残留量 检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了动物源性食品中 8 种硝基咪唑残留量、2 种代谢物的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于牛肉、猪肉、禽肉组织及其肝脏、肾脏、乳及乳制品、蜂蜜、水产品中：4-硝基咪唑、异丙硝唑、二甲硝咪唑、洛硝哒唑、甲硝唑、氯甲硝咪唑、地美硝唑、苯硝咪唑残留量及其代谢物 MNZOH(甲硝唑代谢物)、HMMNI-H₃(二甲硝咪唑、洛硝哒唑代谢物)的测定和确证。

2 试样制备与保存

2.1 试样制备

2.1.1 肌肉组织及脏器组织类、水产品类

从所取全部样品中取出有代表性样品约 1 kg,将其切成碎块后,依次用组织捣碎机将样品加工成馅状或浆状。混匀,均分成两份作为试样,分装入洁净的盛样袋内,密闭,标明标记。

2.1.2 乳及乳制品类

取乳及乳制品样品 200 g,将其混合或搅拌均匀,均分成两份作为试样,分装入洁净的盛样袋内,密闭,标明标记。

2.1.3 蜂蜜类

取代表性蜂蜜样品 200 g,对无结晶的蜂蜜样品将其搅拌均匀,均分成两份作为试样,分装入洁净的盛样袋内,密闭,标明标记;对有结晶析出的蜂蜜样品,在密闭情况下,将样品瓶置于不超过 60℃ 的水浴中温热,振荡,待样品全部融化后搅匀,迅速冷却至室温,均分成两份作为试样,分装入洁净的盛样袋内,密闭,标明标记。在融化时应注意防止水分挥发。

2.2 试样保存

肌肉组织及脏器组织类、水产品类试样于 -18℃ 以下冷冻保存;乳及乳制品类和蜂蜜类试样于 0℃~4℃ 保存。在抽样及制样的操作过程中,应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

3 方法提要

试样中残留的硝基咪唑及其代谢物用甲醇-丙酮均质或超声波提取,经乙酸乙酯液-液分配,以凝胶色谱柱净化,再经固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱测定和确证,外标法定量。

4 试剂与材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为去离子水。

4.1 甲醇:残留级。

4.2 丙酮:残留级。

4.3 乙酸乙酯:残留级。

4.4 环己烷:残留级。

4.5 氯化钠。

4.6 无水硫酸钠:经 650℃ 灼烧 4 h,贮于密封容器中备用。

4.7 甲酸:优级纯。