

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2317—2009

进出口动物源性食品中哌嗪残留量 检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

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

2009-07-07 发布

2010-01-16 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。

本标准起草单位：中华人民共和国江西出入境检验检疫局、中华人民共和国湖北出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中华人民共和国黑龙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：占春瑞、温志海、郭平、胡小钟、王鹏、邓晓军、刘永、左海根。

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哌嗪残留量 检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了进出口动物源食品中哌嗪残留量的液相色谱-质谱/质谱检测和确证方法。

本标准适用于牛肉、牛肝、牛肾、蛋、鳗鱼、蜂蜜等动物源食品中哌嗪残留量的检测和确证。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样中残留的哌嗪用1%氨水乙腈提取，过硅藻土柱净化，或用乙腈饱和正己烷液液分配净化，用液相色谱-质谱/质谱测定和确证，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 正己烷:色谱纯。
- 4.3 氨水。
- 4.4 异丙醇。
- 4.5 甲酸:色谱纯。
- 4.6 1%氨水乙腈:取1 mL氨水用乙腈定容至100 mL。
- 4.7 0.3%甲酸乙腈:取0.3 mL甲酸用乙腈定容至100 mL。
- 4.8 氨水-乙腈溶液(2+3,体积比):准确移取20 mL氨水和30 mL乙腈混合均匀。
- 4.9 乙腈-水溶液(1+4,体积比):准确移取10 mL乙腈和40 mL水混合均匀。
- 4.10 乙腈饱和正己烷:100 mL乙腈中加入100 mL正己烷,充分振荡后,静置分层,取上层正己烷。
- 4.11 微孔滤膜:0.22 μm ,有机相。
- 4.12 哌嗪标准品:(piperazine,分子式: $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{N}_2$,CAS编号:110-85-0)纯度大于或等于99.0%。
- 4.13 哌嗪标准储备溶液(100 mg/L):准确称取适量哌嗪标准品(4.12)置于100 mL容量瓶中,用乙腈溶解并定容至刻度,混匀, $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 保存。
- 4.14 哌嗪标准中间溶液(1.0 mg/L):分别吸取1.0 mL标准储备溶液(4.13)于100 mL容量瓶中,用乙腈定容至刻度, $4\text{ }^\circ\text{C}$ 保存。
- 4.15 哌嗪标准工作溶液:根据需要移取一定量的标准中间溶液(4.14),用空白基质溶液逐级稀释成适当浓度的标准工作溶液,现配现用。
- 4.16 硅藻土柱:称取1.8 g $650\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘培活化的硅藻土,装入底部放有一层棉花的玻璃层析柱,轻轻摇振均匀并敲实。