

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2153—2008

进出口动物源性食品中地昔尼尔残留量 检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

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

2008-09-04 发布

2009-03-16 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。

本标准由中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国江西出入境检验检疫局和中华人民共和国重庆出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：彭涛、于静、陈冬东、国伟、严矛、温志海、王国民、储晓刚。

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地昔尼尔残留量 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性食品中地昔尼尔残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。
本标准适用于羊肉、羊肝、牛肉和牛奶中地昔尼尔残留量的检测。

2 方法提要

用乙腈提取试样中残留的地昔尼尔,经正己烷去除脂肪、固相萃取柱净化后,采用液相色谱-质谱/质谱检测,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 乙腈:高效液相色谱级。
- 3.2 正己烷:高效液相色谱级。
- 3.3 甲醇:高效液相色谱级。
- 3.4 甲酸:高效液相色谱级。
- 3.5 乙酸铵。
- 3.6 无水硫酸钠:650℃灼烧4h,置于干燥器中备用。
- 3.7 乙腈饱和的正己烷:100 mL乙腈中加入100 mL正己烷,充分振荡后,静置分层,取上层液体。
- 3.8 0.1%甲酸水溶液(含0.5 mmol/L乙酸铵):准确量取1 mL甲酸(3.4)和称取0.038 6 g乙酸铵(3.5)于1 L容量瓶中,用水定容至1 L。
- 3.9 溶解液:0.1%甲酸水溶液(含0.5 mmol/L乙酸铵)(3.8)+乙腈(3.1)(70+30,体积比)。
- 3.10 淋洗液:水-甲醇(3.3)(80+20,体积比)。
- 3.11 地昔尼尔标准品溶液:10 μg/mL的乙腈溶液,CAS号为112636-83-6,-18℃冷冻避光保存。
- 3.12 标准工作溶液:准确移取1 mL标准品溶液(3.11)于10 mL容量瓶中,用乙腈定容至刻度,配制成浓度为1 μg/mL的标准工作溶液,0℃~4℃冷藏避光保存。
- 3.13 N-乙炔吡咯烷酮和二乙烯基苯共聚物为填料固相萃取柱:Oasis HLB,6 mL,500 mg,或相当者。
- 3.14 微孔滤膜:0.2 μm,有机相。

4 仪器和设备

- 4.1 液相色谱-质谱/质谱仪:配备电喷雾离子源(ESI)。
- 4.2 组织捣碎机。
- 4.3 天平:感量为0.000 1 g和0.001 g。
- 4.4 均质器:10 000 r/min。
- 4.5 振荡器。
- 4.6 离心机:4 000 r/min。
- 4.7 减压浓缩仪。
- 4.8 超声波水浴。