

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2459—2010

进出口食品中氟烯草酸残留量的测定 气相色谱-质谱法

Determination of flumiclorac-pentyl residues in food for import and export—
GC-MS method

2010-01-10 发布

2010-07-16 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 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。

本标准由中华人民共和国河北出入境检验检疫局起草。

本标准主要起草人：郭春海、陈瑞春、窦彩云、王凤池、段文仲、马育松、王丹娜。

进出口食品中氟烯草酸残留量的测定

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了进出口食品中氟烯草酸残留量的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于玉米、芹菜、苹果、花生、茶叶、牛肉、鸡肝、鱼、蜂蜜、大豆和牛奶中氟烯草酸残留量的检测和确证。

2 方法提要

样品中残留的氟烯草酸用乙酸乙酯或乙腈提取。提取后的有机相蒸干,残渣用乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶解后用凝胶渗透色谱仪(GPC)净化,洗脱液蒸干定容,用气相色谱-质谱仪选择离子检测,外标法定量。

3 试剂和溶液

除另有规定外,试剂均为分析纯,水为蒸馏水或去离子水。

- 3.1 丙酮:农残级。
- 3.2 乙酸乙酯。
- 3.3 环己烷。
- 3.4 乙腈,液相色谱级。
- 3.5 正己烷。
- 3.6 氯化钠。
- 3.7 无水硫酸钠:于650℃灼烧4h,储于密封容器中备用。
- 3.8 乙腈饱和正己烷。
- 3.9 正己烷饱和乙腈。
- 3.10 乙酸乙酯-环己烷(1+1,体积比):将乙酸乙酯和环己烷等体积混合均匀,备用。
- 3.11 氯化钠溶液:200 g/L。
- 3.12 氟烯草酸标准品(flumiclorac-pentyl,CAS:87546-18-7):纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.13 氟烯草酸标准储备溶液:准确称取适量的氟烯草酸标准品,用丙酮配制成100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备液。
- 3.14 氟烯草酸标准中间溶液:1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确吸取1 mL氟烯草酸标准储备溶液(3.13)放入100 mL容量瓶中,用丙酮定容至刻度,该溶液在0℃~4℃保存。
- 3.15 基质标准工作溶液:根据需要,用空白样品按照样品处理步骤得到的提取液,配不同浓度的基质标准工作溶液,基质标准工作溶液要现用现配。
- 3.16 凝胶渗透色谱柱:填料为S-X3 BioBeads,22 g。
- 3.17 无水硫酸钠柱:在150 mm \times 10 mm(内径)层析柱中,依次加入脱脂棉和5 cm无水硫酸钠。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱-质谱联用仪:配电子轰击离子源。
- 4.2 分析天平:感量0.0001 g。