

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2441—2010

进出口食品中涕灭威、涕灭威砒、
涕灭威亚砒残留量检测方法
液相色谱-质谱/质谱法

Determination of aldicarb, aldicarb-sulfone and aldicarb-sulfoxide
residues in food for import and export—LC-MS/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、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负责起草。

本标准主要起草人：陈冬东、朱明达、蒋文彬、代汉慧、李晓娟、彭涛、李淑娟。

进出口食品中涕灭威、涕灭威砒、 涕灭威亚砒残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了食品中涕灭威及其代谢产物涕灭威砒、涕灭威亚砒残留量的液相色谱-质谱/质谱检测和确证。

本标准适用于生姜、番茄、菠菜、大米、花生、大豆、杏仁、苹果、柑橘、茶叶、猪肝、鸡肉、牛奶中涕灭威、涕灭威砒、涕灭威亚砒的测定和确证。

2 方法提要

试样中残留的涕灭威、涕灭威砒、涕灭威亚砒用乙腈提取，经氨基 SPE 小柱净化后，用液相色谱-质谱/质谱仪检测，外标法定量。

3 试剂和材料

除特殊注明外，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 3.1 乙腈：HPLC 级。
- 3.2 甲醇。
- 3.3 二氯甲烷。
- 3.4 正己烷。
- 3.5 无水硫酸钠：650 °C 灼烧 4 h，贮于干燥器中，冷却后备用。
- 3.6 甲醇-二氯甲烷(1+99, 体积比)：量取 1 mL 甲醇和 99 mL 二氯甲烷，混匀。
- 3.7 0.1% 甲酸溶液：量取 1 mL 甲酸，用水定容至 1 L 备用。
- 3.8 乙腈-0.1% 甲酸水溶液(10+90, 体积比)：量取 10 mL 乙腈和 90 mL 0.1% 甲酸溶液(3,7)，混匀。
- 3.9 涕灭威标准品(aldicarb, CAS 编号 116-06-3)：纯度大于等于 98%。
- 3.10 涕灭威砒标准品(aldicarb-sulfone, CAS 编号 1646-88-4)：纯度大于等于 98%。
- 3.11 涕灭威亚砒标准品(aldicarb-sulfoxide, CAS 编号 1646-87-3)：纯度大于等于 98%。
- 3.12 标准储备液：准确称取适量上述标准品，分别用甲醇配制成浓度为 100 μg/mL 的标准储备液，0 °C~4 °C 避光保存。
- 3.13 空白样品提取液：用不含涕灭威、涕灭威砒、涕灭威亚砒的样品，按照 6.1 和 6.2 制备空白样品提取液。
- 3.14 基质工作溶液：根据需要用空白样品提取液将标准储备液稀释成 10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL 的标准工作溶液。置于 0 °C~4 °C 避光保存。
- 3.15 氨基 SPE 柱：500 mg, 3 mL，用 5 mL 甲醇-二氯甲烷(1+99, 体积比)活化后备用。
- 3.16 0.45 μm 微孔滤膜：有机系。

4 仪器和设备

- 4.1 液相色谱-质谱/质谱仪，带电喷雾离子源(ESI)源。
- 4.2 均质器。