

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4144—2015

出口动物源性食品中卡拉洛尔残留量 的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of Carazolol in foodstuffs of animal origin for export—
LC-MS/MS method

2015-02-09 发布

2015-09-01 实施

中华人 民共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认监委提出并归口。

本标准主要起草单位：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国重庆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈冬东、李贤良、于静、郗存显、李淑娟、周超、彭涛。

出口动物源性食品中卡拉洛尔残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了出口动物源性食品中卡拉洛尔的液相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于猪肉、鱼肉、虾肉、肝脏、肾脏、脂肪、奶、鸡蛋和蜂蜜中卡拉洛尔的测定和确证。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样中的卡拉洛尔用甲醇(脂肪用乙酸乙酯-正己烷溶解提取)提取,提取液经 MCX 柱净化(脂肪用 GPC 净化)后,供液相色谱-质谱/质谱仪测定,外标法峰面积定量。

4 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。

- 4.1 甲酸:色谱级。
- 4.2 正己烷:色谱级。
- 4.3 乙腈:色谱级。
- 4.4 甲醇:色谱级。
- 4.5 乙酸铵:色谱级。
- 4.6 三乙胺。
- 4.7 乙酸乙酯。
- 4.8 环己烷。
- 4.9 5%三乙胺甲醇:取三乙胺(4.6)5 mL,加甲醇(4.4)95 mL,混匀。
- 4.10 乙酸乙酯-环己烷(1+1,体积比)溶液:将乙酸乙酯(4.7)和环己烷(4.8)等体积混合。
- 4.11 50%乙腈溶液:将乙腈(4.3)与水等体积混合。
- 4.12 乙腈饱和正己烷:量取 100 mL 正己烷和 100 mL 乙腈,充分混匀,静置分层,取下层溶液待用。
- 4.13 卡拉洛尔标准品:分子式 C₁₈H₂₂N₂O₂,CAS No.57775-29-8,纯度大于等于 99.0%。
- 4.14 卡拉洛尔标准储备液:准确称取适量卡拉洛尔标准品(4.13),用乙腈配制成为浓度为 100 μg/mL 的标准储备液。此溶液在 0 ℃~4℃避光保存。
- 4.15 空白样品提取液:用不含卡拉洛尔残留的样品,按照 7.1、7.2 制备空白样品提取液。
- 4.16 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 0.1 ng/mL、0.2 ng/mL、0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、100.0 ng/mL、200.0 ng/mL 的标准工作溶液。置于