

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1927—2007

进出口水产品中喹赛多残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of cyadox residues in aquatic products for import and export—
LC-MS/MS method

2007-05-23 发布

2007-12-01 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 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：中华人民共和国福建出入境检验检疫局、食品安全分析与检测技术教育部重点实验室（福州大学）。

本标准主要起草人：杨方、刘正才、黄晓蓉、李耀平、余孔捷、林永辉、陈祥明、陈国南。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口水产品中喹赛多残留量的检测方法

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了水产品中喹赛多残留量的液相色谱-质谱/质谱测定和确证方法。
本标准适用虾、鳗鱼及制品、黄鱼中喹赛多残留的测定和确证。

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。凡是不注明日期的引用文件，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

采用酸性乙腈-甲醇混合溶剂提取试样中的残留物，提取液经 C_{18} 固相萃取柱净化后，液相色谱-质谱/质谱法测定，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，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 甲醇：色谱纯。
- 4.3 甲酸。
- 4.4 二甲亚砜。
- 4.5 0.1%甲酸溶液：移取1 mL甲酸，以水定容1 L。
- 4.6 甲酸+甲醇+乙腈提取液(2+10+88, 体积比)。
- 4.7 0.1%甲酸水溶液+乙腈溶液(7+3, 体积比)。
- 4.8 5%甲醇水溶液：移取5 mL甲醇，以水定容100 mL，混匀。
- 4.9 标准物质：喹赛多标准物质(cyadox, 分子式 $C_{12}H_9N_5O_4$, CAS号65884-46-0, 分子量271.36), 纯度大于等于98%。
- 4.10 标准储备液(100 mg/L)：准确称取适量的喹赛多标准品，先用少量二甲亚砜溶解后以甲醇定容至100 mL，置于4℃冰箱中，避光保存1个月。
- 4.11 标准工作液：根据需要取适量标准储备液，以0.1%甲酸水溶液+乙腈(4.7)稀释成适当浓度的标准工作液，配置过程避光，标准工作液要现配现用。
- 4.12 C_{18} 固相萃取小柱：500 mg, 3 mL或相当者，用前以3 mL甲醇、3 mL水活化，保持柱体湿润。
- 4.13 滤膜：0.22 μ m, 水系滤膜。

5 仪器和设备

- 5.1 液相色谱-质谱/质谱联用仪，配有电喷雾(ESI)源。
- 5.2 离心机：4 000 r/min。