

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0603—2013
代替 SN 0603—1996

出口植物源食品中四溴菊酯残留量 检验方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of tralomethrin residues in food of plant origin for
export—LC-MS/MS

2013-11-06 发布

2014-06-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN 0603—1996《出口粮谷中路咪啉残留量检验方法》。

本标准与 SN 0603—1996 相比,除编辑性修改外,主要技术性变化如下:

- 修改了标准名称;
- 扩大了适用范围;
- 取消了 SN 0603—1996 中的抽样方法;
- 改进了样品前处理技术线路。
- 取消了 SN 0603—1996 中 GC 检测法和 GC-MS 确证方法,采用 LC-MS/MS 方法对四溴菊酯 (路咪啉, tralomethrin) 残留量进行准确性和定量。

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:中华人民共和国广西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:覃文长、郑玲、黄大新、田继军、吴玉杰、孙高英、刘瑞芳、孔祥军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN 0603—1996。

出口植物源食品中四溴菊酯残留量 检验方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了植物源食品中四溴菊酯残留量的液相色谱-质谱/质谱法(LC-MS/MS)测定和确证方法。

本标准适用于大米、糙米、玉米、小麦、茶叶、浓缩芒果汁、大豆、苹果、桔子、白菜、上海青中四溴菊酯残留量的测定和确证。

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

试样中残留的四溴菊酯经乙酸乙酯(含油脂较多样品用乙腈)提取,提取液在37℃以下浓缩后用弗罗里硅土柱(含油脂较多样品用中性氧化铝柱,含色素较多样品加活性炭柱)净化,用LC-MS/MS进行定性和定量(外标法)。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为符合GB/T 6682规定的一级水。

4.1 乙酸乙酯:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 正己烷:色谱纯。

4.4 丙酮:色谱纯。

4.5 氯化钠。

4.6 无水硫酸钠:650℃灼烧4h,在干燥器内冷却至室温,贮于密封瓶中备用。

4.7 正己烷-乙酸乙酯(95+5)混合溶液:取正己烷95mL,加入5mL乙酸乙酯,混匀。

4.8 正己烷-乙酸乙酯(60+40)混合溶液:取正己烷60mL,加入40mL乙酸乙酯,混匀。

4.9 流动相:甲醇-10mmol乙酸铵(含0.1%甲酸)(80+20,体积比)。

4.10 标准物质:四溴菊酯(CAS号:66841-25-6),纯度 $\geq 92\%$ 。

4.11 标准物质储备溶液:准确称取适量的标准物质,用少量丙酮溶解,再加入正己烷配成浓度为1mg/mL的标准储备液,在-18℃以下避光保存,有效期为12个月。

4.12 标准物质中间溶液:根据需要取上述标准储备溶液用正己烷稀释配制成浓度为10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准物质中间溶液,-18℃以下避光保存,有效期为3个月。