



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3156—2012

乳及乳制品中多种氨基甲酸酯类 农药残留量测定方法 液相色谱-串联质谱法

Determination of carbamate pesticide residues in milk and dairy products—
LC-MS-MS method

2012-05-07 发布

2012-11-16 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别此专利的责任。

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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、中华人民共和国吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：吴莉莉、王明泰、李爱军、沈兵、华佳欢、张萌萌、张进。

乳及乳制品中多种氨基甲酸酯类 农药残留量测定方法 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了乳和乳制品中杀线威、灭多威、抗蚜威、涕灭威、速灭威、噁虫威、克百威、甲萘威、呋线威、异丙威、乙霉威、仲丁威、残杀威和甲硫威 14 种氨基甲酸酯类农药残留量的液相色谱-串联质谱检测方法。

本标准适用于纯奶、酸奶、奶粉、奶酪和果奶中杀线威、灭多威、抗蚜威、涕灭威、速灭威、噁虫威、克百威、甲萘威、呋线威、异丙威、乙霉威、仲丁威、残杀威和甲硫威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

试样用乙腈提取，提取液经固相萃取柱净化后，甲醇洗脱，用液相色谱-串联质谱仪检测和确证，外标法定量。

4 试剂和材料

水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 乙腈：残留级。
- 4.2 甲醇：残留级。
- 4.3 甲酸：优级纯。
- 4.4 甲醇-水溶液(60+40, 体积比)：准确量取 60 mL 甲醇和 40 mL 水，混合后备用。
- 4.5 无水硫酸钠：分析纯，经 650 °C 灼烧 4 h，贮于密封容器中备用。
- 4.6 氯化钠：分析纯。
- 4.7 农药标准物质：杀线威、灭多威、抗蚜威、涕灭威、速灭威、噁虫威、克百威、甲萘威、呋线威、异丙威、乙霉威、仲丁威、残杀威和甲硫威等，纯度均 $\geq 98.5\%$ 。标准物质信息参考附录 A。
- 4.8 标准储备溶液：分别准确称取适量的各种氨基甲酸酯标准物质(4.7)，用甲醇配制成为浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液， $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存。
- 4.9 混合标准中间溶液：分别准确吸取适量的氨基甲酸酯类农药标准储备溶液(4.8)，用甲醇配制成为浓度为 5 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准中间溶液， $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存。
- 4.10 基质混合标准工作溶液：根据需要吸取适量的混合标准中间溶液，用空白样品基质溶液配制成适