

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2654—2010

SN/T 2654—2010

进出口动物源性食品中吗啉胍残留量 检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of moroxydine residue in foodstuffs of animal origin for
import and export—LC-MS/MS method

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口动物源性食品中吗啉胍残留量
检测方法 液相色谱-质谱/质谱法
SN/T 2654—2010

*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*
开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 37 千字
2011 年 4 月第一版 2011 年 4 月第一次印刷
印数 1—1 600

*
书号: 155066 · 2-21835 定价 24.00 元

2010-11-01 发布

2011-05-01 实施

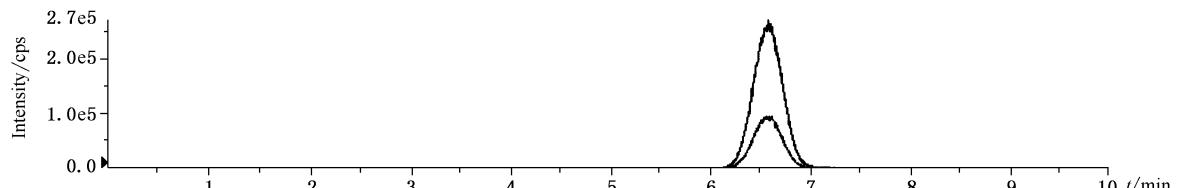


SN/T 2654-2010

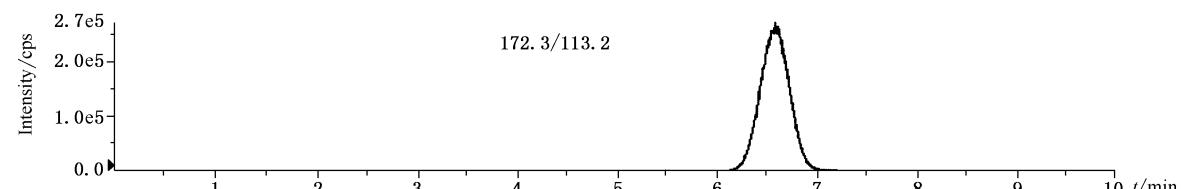
中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

Annex B
(Informative)

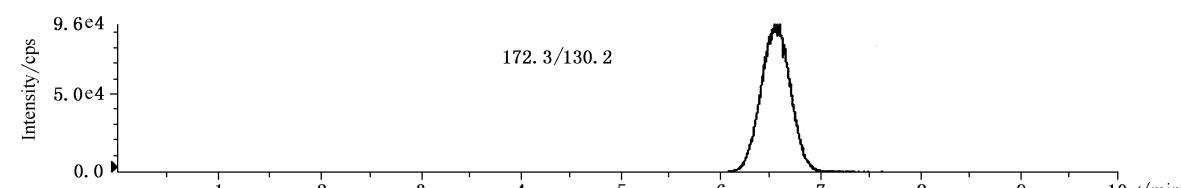
Multiple reaction monitoring (MRM) chromatogram of moroxydine



a)



b)



c)

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：中华人民共和国河南出入境检验检疫局、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：杨冀州、王国民、祝伟霞、郭俊峰、刘亚风、魏蔚、刘毅。

Figure B. 1—Multiple reaction monitoring (MRM) chromatogram of moroxydine (50 μg/L)

—When the spiking level is 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 76.4% to 99.6%.

9.2.8 For chicken liver, data of the spiking level and the recovery:

—When the spiking level is 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 75.0% to 86.4%;

—When the spiking level is 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 86.0% to 101.1%;

—When the spiking level is 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 90.1% to 107.1%.

9.2.9 For chicken kidney, data of the spiking level and the recovery:

—When the spiking level is 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 68.4% to 93.2%;

—When the spiking level is 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 76.1% to 92.4%;

—When the spiking level is 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 81.6% to 98.1%.

9.2.10 For the fish, data of the spiking level and the recovery:

—When the spiking level is 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 61.4% to 75.0%;

—When the spiking level is 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 70.4% to 98.1%;

—When the spiking level is 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 75.4% to 94.0%.

9.2.11 For the shrimp, data of the spiking level and the recovery:

—When the spiking level is 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 66.4% to 101.0%;

—When the spiking level is 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 78.0% to 102.5%;

—When the spiking level is 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the recovery ranges from 78.8% to 99.4%.

进出口动物源性食品中吗啉胍残留量 检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了动物源性食品中吗啉胍残留量的制样方法与液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于猪肉、猪肝、猪肾、牛肉、牛肝、牛肾、鸡肉、鸡肝、鸡肾、鱼肉和虾仁中吗啉胍残留量的液相色谱-质谱/质谱的测定。

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 试样的制备与保存

取样品中具有代表性的可食部分 500 g,用组织捣碎机充分捣碎,均分成两份分别装入洁净容器,密封并做好标识,于-18 ℃以下保存。

制样操作过程中应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

4 方法提要

样品中残留的吗啉胍经三氯乙酸溶液提取并沉淀蛋白,肝脏样品需先过 C₁₈固相萃取柱净化,其他基质样品直接加入庚烷磺酸钠离子对试剂进行固相萃取净化,液相色谱-质谱/质谱测定,外标法定量。

5 试剂和材料

除特别规定外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 乙腈:高效液相色谱级。

5.2 甲醇:高效液相色谱级。

5.3 庚烷磺酸钠:高效液相色谱级。

5.4 乙酸胺:高效液相色谱级。

5.5 三氯乙酸。

5.6 冰乙酸。

5.7 5%三氯乙酸溶液:称取 5.0 g 三氯乙酸(5.5),溶于 100 mL 水中。

5.8 0.5 mol/L 庚烷磺酸钠溶液:称取 10.1 g 庚烷磺酸钠(5.3),溶于 100 mL 水中。

5.9 5%甲醇水溶液(5+95,体积比):量取 50 mL 甲醇、950 mL 水混合。

5.10 20 mmol/L 乙酸胺缓冲溶液:称取 1.54 g 乙酸胺(5.4),溶于 700 mL~800 mL 水中,用乙酸调节 pH4.0 后用水定容至 1 000 mL。