

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3543—2013

SN/T 3543—2013

### 出口食品中六溴环十二烷的测定 液相色谱-质谱/质谱法

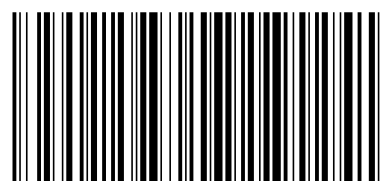
Determination of hexabromocyclododecane (HBCD) in food for export—  
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry method

中华人民共和国出入境检验检疫  
行业标准  
出口食品中六溴环十二烷的测定  
液相色谱-质谱/质谱法  
SN/T 3543—2013

\*  
中国标准出版社出版  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
总编室:(010)64275323  
网址 www.spc.net.cn  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 44 千字  
2013年9月第一版 2013年9月第一次印刷  
印数 1—1 600

\*  
书号: 155066·2-25851 定价 27.00 元



SN/T 3543-2013

2013-03-01 发布

2013-09-16 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、GB/T 20001.4—2001 和 SN/T 0001—1995 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：中华人民共和国湖北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：胡德聪、李晶、王鹏、宋祺、胡小钟。

Annex B  
(informative annex)  
LC-MS/MS chromatograms of standard solutions

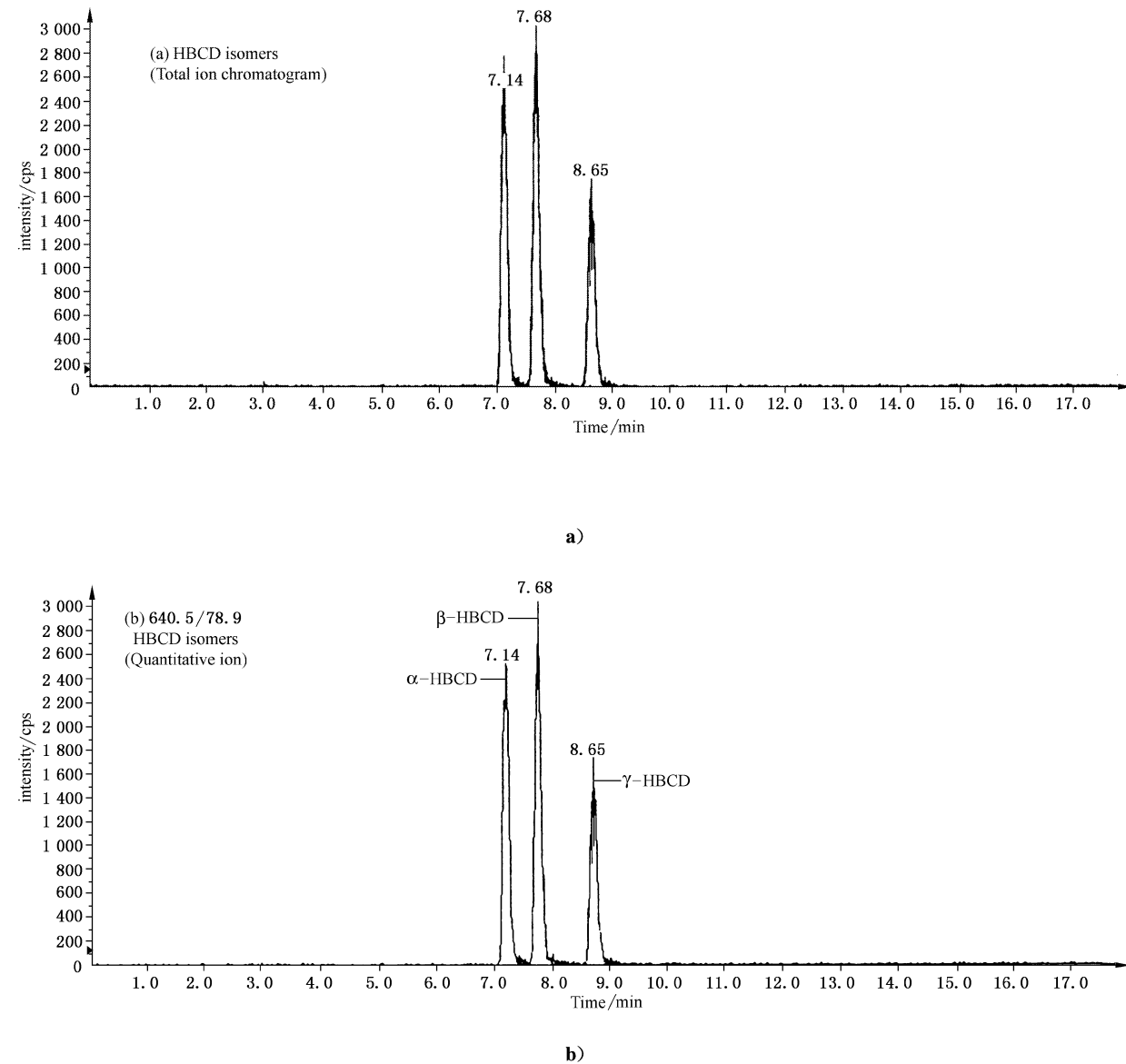


Figure B.1—LC-MS/MS chromatograms of HBCD standard (the concentrations of  $\alpha$ -HBCD,  $\beta$ -HBCD and  $\gamma$ -HBCD are 10 ng/mL, 5 ng/mL and 5 ng/mL, respectively)

## 出口食品中六溴环十二烷的测定 液相色谱-质谱/质谱法

### 1 范围

本标准规定了食品中三种六溴环十二烷异构体 ( $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD 和  $\gamma$ -HBCD) 含量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于鱼、虾、蛋等食品中  $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD 和  $\gamma$ -HBCD 含量的测定和确证。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本标准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

试样中三种六溴环十二烷异构体 ( $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD 和  $\gamma$ -HBCD) 经索氏提取,提取液经凝胶色谱柱净化,然后用液相色谱-质谱/质谱仪采用外标法定量或内标法定量(即用同位素稀释技术,在试样提取前加入三种氘代六溴环十二烷  $d_{18}$ - $\alpha$ -HBCD、 $d_{18}$ - $\beta$ -HBCD 和  $d_{18}$ - $\gamma$ -HBCD 的内标溶液)测定三种六溴环十二烷异构体的含量。

### 4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 正己烷:色谱纯。
- 4.2 二氯甲烷:色谱纯。
- 4.3 甲醇:色谱纯。
- 4.4 乙腈:色谱纯。
- 4.5 无水硫酸钠:650 °C 灼烧 4 h,在干燥器内冷却至室温,贮于密封瓶中备用。
- 4.6 正己烷-二氯甲烷溶液(1+1):取 200 mL 正己烷(4.1),加入 200 mL 二氯甲烷(4.2),混合均匀。
- 4.7  $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD 和  $\gamma$ -HBCD 单标准品溶液:浓度均为 100  $\mu$ g/mL。
- 4.8  $d_{18}$ - $\alpha$ -HBCD、 $d_{18}$ - $\beta$ -HBCD 和  $d_{18}$ - $\gamma$ -HBCD 氘代单标准品溶液:浓度均为 50  $\mu$ g/mL。
- 4.9  $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD 和  $\gamma$ -HBCD 单标准储备溶液:吸取单标准品溶液(4.7),用甲醇(4.3)稀释,分别配制成浓度为 1  $\mu$ g/mL 的标准储备溶液。
- 4.10 内标混合使用溶液 I:吸取  $d_{18}$ - $\alpha$ -HBCD、 $d_{18}$ - $\beta$ -HBCD 和  $d_{18}$ - $\gamma$ -HBCD 氘代单标准品溶液(4.8),用甲醇(4.3)稀释,配制成  $d_{18}$ - $\alpha$ -HBCD、 $d_{18}$ - $\beta$ -HBCD 和  $d_{18}$ - $\gamma$ -HBCD 浓度分别为 100 ng/mL、50 ng/mL 和 50 ng/mL 的内标混合使用溶液。
- 4.11 内标混合使用溶液 II:吸取内标混合使用溶液 I(4.10),用甲醇(4.3)稀释,配制成  $d_{18}$ - $\alpha$ -HBCD、 $d_{18}$ - $\beta$ -HBCD 和  $d_{18}$ - $\gamma$ -HBCD 浓度分别为 10 ng/mL、5 ng/mL 和 5 ng/mL 的内标混合使用溶液。