



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2572—2010

进出口蜂王浆中多种氨基甲酸酯类
农药残留量检测方法
液相色谱-质谱/质谱法

Determination of multiple carbamate pesticide residues
in royal-jelly for import and export—
HPLC-MS/MS

2010-05-27 发布

2010-12-01 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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：丁慧瑛、谢文、陈笑梅、蒋晓英、周召千。

进出口蜂王浆中多种氨基甲酸酯类 农药残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了蜂王浆中甲硫威、恶虫威、异丙威、甲萘威、灭多威、克百威、抗蚜威、仲丁威残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于蜂王浆中甲硫威、恶虫威、异丙威、甲萘威、灭多威、克百威、抗蚜威、仲丁威残留量的测定和确证。

2 方法提要

试样用乙腈提取，经中性氧化铝柱层析净化，液相色谱-质谱/质谱测定，外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外，试剂均为分析纯，水为重蒸水或去离子水。

- 3.1 甲醇：色谱纯。
- 3.2 乙腈：色谱纯。
- 3.3 丙酮：色谱纯。
- 3.4 乙醚：色谱纯。
- 3.5 乙酸铵：色谱纯。
- 3.6 氯化钠。
- 3.7 0.005 mol/L 乙酸铵溶液：称取 0.19 g 乙酸铵溶于适量水中，再定容到 500 mL。
- 3.8 甲醇-乙酸铵溶液：甲醇-0.005 mol/L 乙酸铵溶液(6+4，体积比)。
- 3.9 丙酮-乙醚混合溶剂：丙酮-乙醚(2+8，体积比)。
- 3.10 氨基甲酸酯类标准品：甲硫威、恶虫威、异丙威、甲萘威、克百威、抗蚜威、仲丁威纯度均大于等于 99.0%。灭多威为 98.8%，参见附录 A。
- 3.11 氨基甲酸酯标准储备液：精确称取适量氨基甲酸酯标准品，用甲醇溶解，分别配制成浓度为 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液，4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱储存。
- 3.12 氨基甲酸酯混合工作溶液：根据需要，分别取适量储备液于同一容量瓶中，用甲醇-乙酸铵溶液(3.8)稀释至适当浓度的工作溶液。
- 3.13 氨基甲酸酯校正溶液配制：将标准混合溶液用按 6.1 和 6.2 处理的空白样品溶液稀释成浓度为 5.0、10.0、20.0、50.0、100.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。
- 3.14 中性氧化铝固相萃取小柱(500 mg, 3 mL)：使用前用 5 mL 乙醚淋洗。

4 仪器和设备

- 4.1 液相色谱-串联质谱联用仪：配有电喷雾离子源和四极杆质量分析器。