

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2387—2009

进出口食品中井冈霉素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of validamycin residues in food for import and export—
LC-MS/MS method

2009-09-02 发布

2010-03-16 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

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

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：中华人民共和国厦门出入境检验检疫局、上海交通大学。

本标准主要起草人：张志刚、周昱、徐敦明、林立毅、钟莉萍、杨黎忠、陈鹭平、王正武、吴时敏。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口食品中井冈霉素残留量的测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了进出口食品中井冈霉素残留量的液相色谱-质谱/质谱分析方法。

本标准适用于大米、卷心菜、葱、胡萝卜、番茄、黄瓜、菠菜、木耳、梨、柠檬、杏仁、茶叶、猪肉、猪肝、罗非鱼、虾中井冈霉素残留的检测和确证。

2 方法提要

试样中的井冈霉素残留用甲醇水溶液提取,经 HLB 固相萃取柱或乙酸乙酯液液萃取净化,用液相色谱-质谱/质谱仪检测和确证,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为液相色谱纯,水为去离子水。

3.1 乙酸铵。

3.2 甲醇。

3.3 乙腈。

3.4 乙酸乙酯。

3.5 冰乙酸。

3.6 甲醇+水(9+1,体积比):量取 90 mL 甲醇和 10 mL 水,混匀。

3.7 5 mmol/L 乙酸铵缓冲溶液(pH4.5):称取 0.385 g 乙酸铵,用水溶解并定容至 1 000 mL,以冰乙酸调节 pH 到 4.5 ± 0.1 。

3.8 标准物质:井冈霉素 A(validamycin A,CAS:37248-47-8),分子式: $C_{20}H_{35}NO_{13}$,纯度 91.0%。

3.9 标准储备溶液:称取 2 mg(精确到 0.1 mg)井冈霉素的标准品,用水溶解并定容至 25 mL 棕色容量瓶中,配制成浓度为 80 mg/L 的标准储备溶液。

3.10 基质标准工作溶液:根据需要,用空白样品按照样品处理步骤得到的提取液,配制不同浓度的基质标准溶液,现用现配。

3.11 HLB 柱:6 mL,200 mg 或相当者。使用前依次用 6 mL 甲醇和 6 mL 水活化。

3.12 0.22 μ m 滤膜,双相。

4 仪器与设备

4.1 液相色谱串联四极杆质谱仪:配大气压化学电离源(APCI)。

4.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。

4.3 旋涡混合器。

4.4 均质器。

4.5 离心机:转速大于 3 000 r/min。

4.6 氮吹浓缩仪。

4.7 离心管:50 mL 玻璃离心管和 50 mL 具塞玻璃离心管。

4.8 30 mL 刻度试管:最小刻度为 0.1 mL。

4.9 pH 计:感量 0.1。