

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1947—2007

SN/T 1947—2007

进出口食品中氟草定残留量的检测方法 气相色谱-质谱法

Determination of fluroxypyr residues in foods for import and export—
GC-MS method

中华人民共和国出入境检验检疫
行业标准
进出口食品中氟草定残留量的检测方法
气相色谱-质谱法
SN/T 1947—2007

*

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 1.25 字数 26 千字
2007年11月第一版 2007年11月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-18229 定价 12.00 元



SN/T 1947-2007

2007-08-06 发布

2008-03-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

Annex A
(informative)

GC-MS selected ion chromatogram of the fluroxypyr derivative

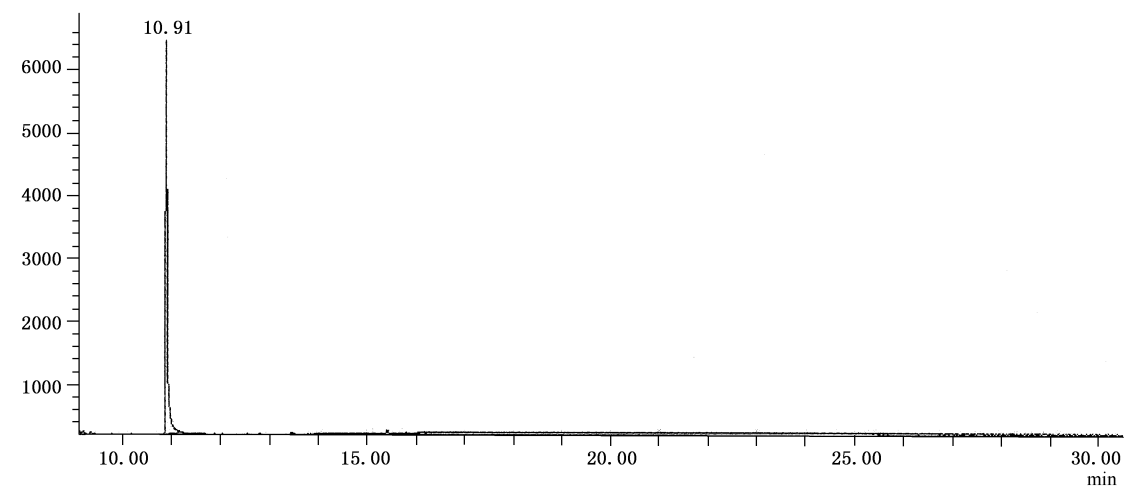


Figure A. 1—GC-MS selected ion chromatogram of the fluroxypyr derivative

前 言

本标准的附录 A、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：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国云南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王明泰、牟峻、马晓刚、宋立国、周晓、李爱军、常东华、芦春梅。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

- h) Electron ionization mode:EI;
- i) Ionization energy:70 eV;
- j) Determination mode:SIM;
- k) Selected monitoring ion(m/z): ion for quantification is 209,and ions for qualification are 209, 181,211,and 268;
- l) Solvent protection delay:5 min.

6.4.2 GC-MS determination and confirmation

Based on proposed content of fluroxypyr,select the standard working solution with similar concentration to that of the sample solution. The responses of fluroxypyr in the working standard solution and in the sample solution should both be within the linear range of the instrumental detection. The standard working solution is injected in-between the injections of the sample solutions with identical volume.

The standard working solution and the sample solution are tested according to the condition described in section 6.3.1. respected peak of sample solution at the same retention time as that of the working standard solution will be conformed if all selected ions appear in the subtracted chromatogram,furthermore,the selected relative ionic abundance ratio accords with the related ionic abundance ratio of the standard(m/z 181,209,211,268-abundance ratio 34 : 100 : 65 : 55),and the similarity conforms with the tolerance listed as table 1,then a positive result for fluroxypyr residue can be provided. The chromatogram and mass spectrum of the fluroxypyr standard derivative are shown as the figure A 1 in annex A and as the figure B1 in annex B.

Table 1—The maximum tolerance of relative ionic abundance for the qualification and quantification

Relative ionic abundance/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
Allowed relative deviation/%	± 20	± 25	± 30	± 50

6.5 Blank test

Blank test will be conducted according to the procedures above without sample addition.

7 Calculation and expression of the result

Calculate the content of fluroxypyr residue in the test sample by GC-MS data processor or according to the formula (1). The result of calculation should be deducted with blank value.

$$X = \frac{h \cdot c \cdot V}{h_s \cdot m} \dots\dots\dots (1)$$

进出口食品中氟草定残留量的检测方法 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了食品中氟草定残留量的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于柑橘、苹果、菠菜、白菜、玉米、糙米、牛肝、鸡肾中氟草定残留量的测定和确证。

2 方法提要

试样用乙酸乙酯提取,以凝胶色谱柱净化,再经氟罗里硅土(Florisil)固相柱净化,衍生酯化后,供气相色谱-质谱仪检测,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

- 3.1 甲醇(残留级)。
- 3.2 环己烷(残留级)。
- 3.3 乙酸乙酯(残留级)。
- 3.4 正己烷(残留级)。
- 3.5 浓硫酸(优级)。
- 3.6 无水硫酸钠:650℃灼烧4 h,贮于密封干燥器中备用。
- 3.7 硫酸钠水溶液:2%。
- 3.8 氟草定标准品(fluroxypyr,C₇H₅C₁₂FN₂O₃,CAS.No.69377-81-7):纯度大于等于98%。
- 3.9 标准储备溶液:准确称取适量的氟草定标准品,用丙酮配制浓度为100 μg/mL的标准储备溶液。该溶液在0℃~4℃冰箱中保存。
- 3.10 标准工作溶液:根据需要再用正己烷稀释成适用浓度的标准工作溶液。该溶液在0℃~4℃冰箱中保存。
- 3.11 弗罗里硅土固相萃取柱:Florisil,500 mg,6 mL,或相当者。

4 仪器与设备

- 4.1 气相色谱-质谱仪:配有电子轰击源(EI)。
- 4.2 凝胶色谱仪:配有单元泵和馏份收集器。
- 4.3 均质器。
- 4.4 旋转蒸发器。
- 4.5 具塞锥型瓶:250 mL。
- 4.6 浓缩瓶:50 mL、250 mL。
- 4.7 离心机。

5 试样制备与保存

5.1 试样制备

5.1.1 柑橘、苹果、菠菜、白菜

取代表性样品约500 g,将其可食用部分(不可用水洗)切碎后,用捣碎机将样品加工成浆状,混匀,