

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2538—2010

进出口动物源性食品中二甲氧苄氨嘧啶、
三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶
残留量的检测方法
液相色谱-质谱/质谱法

Determination of sulfonamides potentiator residues
in animal origin foodstuffs for import and export—
LC-MS/MS method

2010-03-02 发布

2010-09-16 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

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 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：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、重庆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李贤良、丁涛、张晓燕、王国民、张雷、章宇、张婧、曹淑瑞。

进出口动物源性食品中二甲氧苄氨嘧啶、 三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶 残留量的检测方法 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二甲氧苄氨嘧啶(简称:DVD)、三甲氧苄氨嘧啶(简称:TMP)、二甲氧甲基苄氨嘧啶(简称:OMP)三种磺胺类增效剂残留量的制样和液相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于肌肉(猪肉、鸡肉)、内脏(猪肝、牛肾、鸡肝)、牛脂肪、鸡蛋、鱼肉、牛奶及蜂产品(蜂蜜和王浆)中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶、二甲氧甲基苄氨嘧啶三种磺胺增效剂残留量的测定和确证。

2 方法提要

试样中的磺胺增效剂用三乙胺-乙腈混合提取液或三氯乙酸-乙腈溶液提取,提取液经反相阳离子混合固相萃取柱净化、浓缩和脱脂后,用液相色谱-串联质谱仪测定和确证;外标法峰面积定量。

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 三氯乙酸。
- 3.2 浓氨水(28%)。
- 3.3 三乙胺。
- 3.4 乙腈:色谱纯。
- 3.5 甲醇:色谱纯。
- 3.6 正己烷:色谱纯。
- 3.7 甲酸:色谱纯。
- 3.8 甲酸铵:优级纯。
- 3.9 无水硫酸钠:650℃灼烧4h,在干燥器内冷却至室温,贮于密封瓶中备用。
- 3.10 乙腈饱和的正己烷:正己烷中加入乙腈饱和。
- 3.11 0.2%甲酸溶液:取2mL甲酸,用水稀释至1000mL。
- 3.12 5%氨水-甲醇溶液:取50mL浓氨水,用甲醇稀释至1000mL。
- 3.13 乙腈-水溶液:取80mL水,用乙腈稀释至100mL。
- 3.14 10%三氯乙酸溶液:称取100g三氯乙酸,用水稀释至1000mL。
- 3.15 三乙胺-乙腈混合提取液:取适量三乙胺和乙腈,按1+99(体积比)混合备用。
- 3.16 10%三氯乙酸-乙腈混合提取液:移取适量10%三氯乙酸溶液(3.14)和乙腈按7+3(体积比)混合备用。
- 3.17 二甲氧苄氨嘧啶(Diaveridine, CAS号:5355-16-8,分子式: $C_{13}H_{16}N_4O_2$)标准品:纯度大于或等于99.0%。
- 3.18 三甲氧苄氨嘧啶(trimethoprim, CAS号:738-70-5,分子式: $C_{14}H_{18}N_4O_3$)标准品:纯度大于或等于99.5%。