

版权所有 · 禁止翻制、电子传阅、发售

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4655—2016

出口食品中草甘膦及其代谢物残留量 测定方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of glyphosate and its metabolize residues
in foodstuffs for export—HPLC-MS/MS method

行业标准信息服务平台

2016-08-23 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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检验检疫技术中心、宁波出入境检验检疫局、福建出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：徐敦明、陈树兵、吴敏、杜凤君、余宇成、刘正才、张缙、张志刚。

行业标准信息服务平台

出口食品中草甘膦及其代谢物残留量 测定方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了出口食品中草甘膦及其代谢物(氨基磷酸)残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于茶叶、小麦、玉米、稻谷、甘蔗、大豆、柑橘、苹果、桃、葡萄、香蕉、西瓜、大麦茶、棉籽油中草甘膦及其代谢物残(氨基磷酸)残留量的检测和确证。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件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

试样用水提取,经透析袋、RP柱及石墨化碳黑吸附剂净化,用液相色谱-质谱/质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇,色谱纯。

4.2 乙腈,色谱纯。

4.3 乙酸铵,色谱纯。

4.4 乙酸铵溶液(5 mmol/L, pH:10~11):准确称取 3.855 g(精确至 0.000 1 g)乙酸铵,用水定容至 50 mL,配制成 1 mol/L 乙酸铵溶液;再取其中 5 mL,用水定容至 1 000 mL,氨水调节 pH 至 10~11。

4.5 标准物质:草甘膦(glyphosate, GLY, CAS:1071-83-6),纯度 \geq 98.0%;氨基磷酸(aminomethyl phosphonic acid, AMPA, CAS:1066-51-9),纯度 \geq 98.0%。

4.6 透析袋:直径 22 mm,压平宽度(半周长)34 mm,截留分子量 3 500 Da。

4.7 标准品溶液的配制:准确称取 GLY 和 AMPA 标准品各 10 mg,用水定容至 10 mL,配置成浓度为 1 mg/mL 的标准储备溶液。

4.8 标准储备的配制:吸取标准品溶液,用水稀释,分别配制成浓度为 10 μ g/mL 的标准储备液。

4.9 标准工作溶液的配制:根据需要,临用时吸取一定量的标准储备液,用水溶液稀释成适当浓度的混合标准工作溶液。

4.10 透析袋处理:用剪刀剪至 10 cm~20 cm 小段,用水煮沸 10 min,二次水洗净,保存至乙醇中;使用前均用二次水清洗干净。

4.11 OnGuard II RP 柱(1.0 cc 柱):使用前 5 mL 甲醇、5 mL 水活化,静置半小时;使用后甲醇清洗