

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 5143—2019

出口小麦粉及其制品中氨基脒的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of semicarbazide in flour and its products for export—
LC-MS/MS method

以正式出版行业标准信息平台

2019-10-25 发布

2020-05-01 实施

中华人民共和国海关总署 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。

本标准由中华人民共和国海关总署提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国太原海关、中华人民共和国重庆海关、石家庄市农产品质量检测中心。

本标准主要起草人：花锦、赵悠悠、唐柏彬、张鑫鑫、杨蒲晨、高媛惠、郭海谦。

以正式出版文本为准
行业标准信息服务平台

出口小麦粉及其制品中氨基脲的测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了出口小麦粉及其制品中氨基脲的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于小麦粉、煎炸粉、挂面、面包糠、面条、馒头、油炸面制品、蛋黄派、饼干、方便面、面包等小麦粉及其制品中氨基脲的液相色谱-质谱/质谱测定。

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标准。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

在酸性条件下,试样中氨基脲与邻硝基苯甲醛反应,衍生产物在中性条件下经 HLB 柱净化后,用液相色谱-质谱/质谱检测,内标法定量。

4 试剂和材料

除特殊注明外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 甲醇:色谱纯。
- 4.3 盐酸:优级纯。
- 4.4 甲酸:纯度 98%,色谱纯。
- 4.5 乙酸乙酯:色谱纯。
- 4.6 三水磷酸钾。
- 4.7 氢氧化钠。
- 4.8 邻硝基苯甲醛。
- 4.9 0.2 mol/L 盐酸溶液:准确量取盐酸(4.3)17 mL,加水稀释至 1 L,混匀备用。
- 4.10 2.0 mol/L 氢氧化钠溶液:准确称取氢氧化钠(4.7)20 g,加水稀释至 250 mL,混匀备用。
- 4.11 0.3 mol/L 磷酸钾溶液:准确称取三水磷酸钾(4.6)79.8 g,加水溶解并稀释至 1 L,混匀备用。
- 4.12 0.1 mol/L 邻硝基苯甲醛溶液:准确称取 1.5 g 邻硝基苯甲醛(4.8),加甲醇溶解并稀释至 100 mL,混匀备用。4 °C 下避光保存,有效期一周。
- 4.13 0.1%甲酸溶液:准确量取 1.0 mL 甲酸(4.4),加水定容至 1 L,混匀备用。
- 4.14 氨基脲盐酸盐(Semicarbazide hydrochloride)标准品:纯度 \geq 95.0 %。
- 4.15 氨基脲同位素内标储备溶液(Semicarbazide hydrochloride-[1,2-¹⁵N₂¹³C]):浓度为 100 μ g/mL。
- 4.16 氨基脲标准储备溶液(100 μ g/mL):准确称取氨基脲盐酸盐 14.9 mg,加水 50 mL 溶解,并加甲醇