

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1627—2005

进出口动物源食品中硝基呋喃类
代谢物残留量测定方法
高效液相色谱串联质谱法

Determination of metabolites of nitrofurans residues in animal origin food
for import and export—HPLC-MS/MS



060608000107

2005-08-18 发布

2006-02-01 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

本标准附录 A 和附录 B 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：中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王凤池、马振栋、郭春海、陈瑞春、窦彩云。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口动物源食品中硝基呋喃类 代谢物残留量测定方法 高效液相色谱串联质谱法

1 范围

本标准规定了动物源食品中硝基呋喃类代谢物残留量液相色谱-质谱联用测定方法。

本标准适用于虾、鸡肉、蜂蜜、肠衣中硝基呋喃类代谢物残留量的测定。

2 测定方法

2.1 方法提要

样品中与蛋白质结合的硝基呋喃类代谢物(参见附录 A)在酸性环境下水解游离出来,用邻硝基苯甲醛衍生后,以乙酸乙酯提取。经过净化浓缩,用液相色谱质谱联用仪测定。外标法定量。

2.2 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为超纯水。

2.2.1 乙腈:HPLC级。

2.2.2 甲醇:HPLC级。

2.2.3 乙酸乙酯:HPLC级。

2.2.4 邻硝基苯甲醛。

2.2.5 二甲亚砜。

2.2.6 无水硫酸钠:650℃灼烧4 h,冷却后贮于密闭容器中备用。

2.2.7 盐酸溶液:0.125 mol/L。

2.2.8 氢氧化钠溶液:1 mol/L。

2.2.9 氢氧化钠溶液:0.1 mol/L。

2.2.10 氯化钠溶液:300 g/L。

2.2.11 盐酸溶液:1 mol/L。

2.2.12 衍生化试剂:称取100 mg邻硝基苯甲醛溶于12.5 mL二甲亚砜中,现用现配。

2.2.13 定容液:0.1%乙酸水溶液:乙腈:甲醇3:3:2(体积分数)。

2.2.14 硝基呋喃类代谢物标准品:AOZ、AMOX、AHD·HCl、SEM·HCl,纯度 $\geq 99.0\%$ 。

2.2.15 标准储备液:分别称取硝基呋喃类代谢物标准品AOZ、AMOX 10.0 mg, AHD·HCl 13.2 mg, SEM·HCl 14.9 mg(准确至0.1 mg),分别用甲醇溶解并转移至20 mL容量瓶中,用甲醇定容至刻度,该溶液浓度为0.5 mg/mL,4℃以下保存。

2.2.16 标准中间液:分别吸取四种硝基呋喃类代谢物的标准储备液各1.0 mL,用甲醇定容至50 mL,浓度为10 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.2.17 标准工作液:取标准中间液1.0 mL,甲醇稀释定容至100 mL,浓度为0.1 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.2.18 校正曲线标准工作液:将标准工作液稀释至适宜浓度制作校正曲线,临用时配制。

2.3 仪器和设备

2.3.1 液相色谱质谱联用仪,可进行二级质谱分析。

2.3.2 电子天平。

2.3.3 超声波清洗器。