

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3650—2013

药用植物中多菌灵、噻菌灵和甲基硫菌灵 残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of carbendazim, thiabendazole and thiophanate-methyl
residues in medicinal herbs—LC-MS/MS method

2013-08-30 发布

2014-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

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：中华人民共和国北京出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王金花、张蓉、刘韦华、冯骞、卢晓宇、韩深、刘萤。

药用植物中多菌灵、噁菌灵和甲基硫菌灵 残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了药用植物中多菌灵、噁菌灵和甲基硫菌灵残留量的液相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于当归、番泻叶、红花、川芎、枸杞等药用植物或类似药用植物中多菌灵、噁菌灵和甲基硫菌灵残留量的检测和确证。本方法对多菌灵、噁菌灵和甲基硫菌灵的测定低限为 0.05 mg/kg。

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 方法原理

用乙腈超声提取试样中的多菌灵、噁菌灵和甲基硫菌灵残留物,采用基质分散固相萃取剂净化,超高效液相色谱-质谱/质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为色谱级,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈。

4.2 乙酸铵。

4.3 甲酸。

4.4 甲醇。

4.5 盐酸:分析纯。

4.6 氯化钠:分析纯。

4.7 无水硫酸镁(MgSO_4):分析纯。

4.8 N-丙基乙二胺(PSA)吸附剂:粒径 40 μm ~ 60 μm 。

4.9 弗罗里硅土吸附剂(Florisil):粒径 120 μm ~ 400 μm 。

4.10 十八烷基硅烷(ODS)键合相吸附剂(C_{18}):粒径 40 μm ~ 60 μm 。

4.11 基质分散固相萃取剂:150 mg MgSO_4 (4.7)、100 mg PSA(4.8)、30 mg Florisil(4.9)、100 mg C_{18} (4.10)。

4.12 10 mmol/L 乙酸铵溶液(含 0.1 % 甲酸):准确称取 0.16 g 乙酸铵(4.2)于 200 mL 容量瓶中,先用少量水溶解后加入 200 μL 甲酸(4.3),再用水定容至刻度,混匀,现用现配。

4.13 多菌灵标准品(carbendazim):CAS 号 10605-21-7,分子式 $\text{C}_9\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2$,相对分子质量 191.2,纯度