

水和沉积物中硝基呋喃类代谢物残留量的 测定 液相色谱串联质谱法

Determination of nitrofuran metabolic residues in waters and sediment by
LC-MS/MS method

2019 - 01 - 14 发布

2019 - 02 - 15 实施

天津市市场监督管理委员会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由天津市农业农村委员会提出并归口。

本标准起草单位：农业农村部渔业环境及水产品质量监督检验测试中心（天津）。

本标准主要起草人：李春青、陈永平、高丽娜、时文博、李宝华。

水和沉积物中硝基呋喃类代谢物残留量的测定 液相色谱串联质谱法

1 范围

本标准规定了水及沉积物中硝基呋喃类代谢物残留量测定的试剂、仪器设备、测定步骤、计算、方法灵敏度、方法回收率、方法精密度。

本标准适用于水和沉积物中 3-氨基-2-唑烷基酮（呋喃唑酮代谢物，以下简称：AOZ）、5-甲基吗啉-3-氨基-2-唑烷基酮（呋喃它酮的代谢物，以下简称：AMOZ）、氨基脲（呋喃西林代谢物，以下简称：SEM）和 1-氨基-2-内酰脲（呋喃妥因代谢物，以下简称：AHD）残留量的测定。

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 原理

水或沉积物中残留的硝基呋喃类代谢物在酸性条件下水解，用2-硝基苯甲醛衍生化，经乙酸乙酯液-液萃取净化后，液相色谱-串联质谱仪测定，内标法定量。

4 试剂

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 醋酸铵：色谱纯。

4.3 二甲基亚砜：色谱纯。

4.4 2-硝基苯甲醛：色谱纯。

4.5 三水合磷酸氢二钾：优级纯。

4.6 乙酸乙酯：色谱纯。

4.7 乙腈：色谱纯。

4.8 盐酸：优级纯。

4.9 0.002 mol/L 醋酸铵溶液：称取 0.15 g 醋酸铵，用水（实验用水当符合 GB/T 6682 规定）溶解并定容至 1000 mL。

4.10 甲醇溶液：甲醇：水=5：95(v/v)。

4.11 0.2 mol/L 盐酸溶液：量取浓盐酸（ $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ）16.67 mL，用水稀释至 1000 mL。

4.12 0.05 mol/L 2-硝基苯甲醛溶液：称取 0.037 8 g 2-硝基苯甲醛，溶于 5 mL 二甲基亚砜中，现用现配。

4.13 1.0 mol/L 磷酸氢二钾溶液：称取 114 g 三水合磷酸氢二钾，溶解于 500 mL 水中。