

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3699—2013

出口植物源食品中 4 种噻唑类杀菌剂残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of four thiazole fungicide residues in food of plant origin for export—HPLC-MS/MS method

2013-11-06 发布

2014-06-01 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 给出的规则编写。

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：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、深圳市检验检疫科学研究院、中华人民共和国厦门出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈波、靳保辉、肖锋、谢丽琪、陈沛金、徐敦明、周昱。

出口植物源食品中 4 种噻唑类杀菌剂残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了植物源性食品中土菌灵、噻唑菌胺、辛噻酮和苯噻硫氰的液相色谱-质谱/质谱测定和确证方法。

本标准适用于大豆、玉米、小麦、葡萄、西瓜、菜心、茶叶和洋葱中土菌灵、噻唑菌胺、辛噻酮和苯噻硫氰的测定。

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 方法提要

采用乙腈提取试样中残留的噻唑类杀菌剂,固相萃取柱净化,液相色谱-质谱/质谱检测和确证,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的 1 级水。

- 4.1 甲醇:高效液相色谱级。
- 4.2 乙腈:高效液相色谱级。
- 4.3 甲苯:高效液相色谱级。
- 4.4 甲酸:高效液相色谱级。
- 4.5 氯化钠。
- 4.6 醋酸铵:高纯试剂,99.999%。
- 4.7 乙腈+水溶液(3+2,体积比):量取 60 mL 乙腈(4.2),加入 40 mL 水,混匀。
- 4.8 乙腈-甲苯溶液(3+1,体积比):量取 150 mL 乙腈(4.2),加入 50 mL 甲苯(4.3),混匀。
- 4.9 5 mmol/L 醋酸铵水溶液(含 0.05%甲酸):称取 0.385 g 醋酸铵(4.6),加入 0.5 mL 甲酸(4.4),用水溶解并定容至 1 L,混匀。
- 4.10 标准物质:土菌灵、辛噻酮和苯噻硫氰,含量 98%以上;噻唑菌胺浓度为 10 mg/L(相关化学信息见附录 A 中表 A.1)。
- 4.11 标准储备溶液:分别准确称取适量的土菌灵、辛噻酮和苯噻硫氰标准物质(4.10),用乙腈(4.2)配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液;噻唑菌胺为甲醇溶液配制的 10 mg/L 的标准溶液,−18 ℃ 以下避光保存。
- 4.12 混合中间标准溶液:吸取适量的各标准储备溶液(4.11),用乙腈(4.2)稀释,配制成 5.0 mg/L 的混