

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3643—2013

出口水果中氯吡脞(比效隆)残留量的 检测方法 液相色谱-串联质谱法

Determination of forchlorfenuron residue in fruits for export—
LC-MS-MS method

2013-08-30 发布

2014-03-01 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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：吴莉莉、奚奇辉、韩超、华佳欢、李蕾、钮晓青。

出口水果中氯吡脞(比效隆)残留量的 检测方法 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了出口水果中氯吡脞(比效隆)残留量的液相色谱-串联质谱检测方法。

本标准适用于葡萄、猕猴桃、西瓜、梨、柑桔、苹果等水果中氯吡脞(比效隆)残留量的测定和确证。

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

试样中残留的氯吡脞用乙腈提取,提取液经 *N*-丙基乙二胺(PSA)和 C_{18} 填料分散固相萃取净化后,液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈:农残级。

4.2 甲醇:农残级。

4.3 乙酸铵。

4.4 氯化钠。

4.5 5 mmol/L 乙酸铵水溶液:称取 0.385 g 乙酸铵(4.3),溶解于 1 000 mL 水中。

4.6 甲醇-水溶液(60+40,体积比):准确量取 60 mL 甲醇和 40 mL 水,混合后备用。

4.7 氯吡脞(比效隆)标准物质(Forchlorfenuron, CAS 号 68157-60-8, $C_{12}H_{10}ClN_3O$):纯度大于或等于 99%。

4.8 氯吡脞标准储备溶液:准确称取适量的氯吡脞标准物质(4.7),用甲醇配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液, $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存。

4.9 氯吡脞标准中间溶液:准确吸取适量的氯吡脞标准储备溶液(4.8),用甲醇配制成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准中间溶液, $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存。

4.10 空白样品基质溶液:选取不含待测物的样品,按照步骤 7.1 和 7.2 操作,得到空白样品基质溶液。

4.11 氯吡脞标准基质溶液:根据需要使用前吸取适量的氯吡脞标准中间溶液(4.9),用空白样品基质溶液(4.10)配制成适当浓度的标准基质溶液, $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存,使用前配制。

4.12 无水硫酸镁:使用前在 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 5 h,取出,在干燥器中冷却至室温,贮于密封瓶中备用。

4.13 *N*-丙基乙二胺(PSA)填料:50 μm , 8.4% C, 3.3% N, 或相当者。

4.14 C_{18} 填料:40 $\mu\text{m}\sim 63\text{ } \mu\text{m}$, 或相当者。