



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1114—2014
代替 SN/T 1114—2002

出口水果中烯唑醇残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of diniconazole residue in fruits for export—
HPLC-MS/MS method

行业标准信息服务平台

2014-11-19 发布

2015-05-01 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。

本标准代替 SN/T 1114—2002《进出口水果中烯唑醇残留量的检验方法》。

本标准与 SN/T 1114—2002 相比,主要技术变化如下:

- 适用范围增加了柑橘、梨、苹果、桃、香蕉等水果;
- 删除 SN/T 1114—2002 的抽样内容;
- 净化方法由活性炭和中性氧化铝固相萃取柱修改为分散固相萃取;
- 检测方法由液相色谱法修改为液相色谱-质谱/质谱法;
- 方法测定低限由 0.02 mg/kg 修改为 0.005 mg/kg。

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:中华人民共和国湖南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:颜鸿飞、付善良、王美玲、李拥军、戴华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN/T 1114—2002。

行业标准信息服务平台

出口水果中烯唑醇残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了水果中烯唑醇残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于柑橘、梨、苹果、葡萄、桃、香蕉中烯唑醇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

试样中的烯唑醇残留用丙酮振荡提取,提取液经液-液分配和分散固相萃取净化后,用液相色谱-质谱/质谱仪进行测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 丙酮:液相色谱级。

4.2 正己烷:液相色谱级。

4.3 乙腈:液相色谱级。

4.4 甲酸:液相色谱级。

4.5 无水硫酸钠。

4.6 5%硫酸钠溶液:准确称取 50 g(精确至 0.1 g)无水硫酸钠(4.5)于烧杯中加入适量水溶解,转移至 1 L 容量瓶,定容至刻度,摇匀。

4.7 N-丙基乙二胺粉(PSA):粒径为 40 μm 或 120 μm ,孔径为 60 \AA 。

4.8 石墨化碳粉:粒径为 40 μm 或 120 μm ,孔径为 60 \AA 。

4.9 0.1%甲酸溶液:移取 1.0 mL 甲酸(4.4),用水稀释并定容至 1 000 mL,混匀。

4.10 乙腈-0.1%甲酸溶液:移取 1.0 mL 甲酸(4.4)于 1 000 mL 乙腈(4.3)中,混匀。

4.11 烯唑醇标准品(Diniconazole, $\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{Cl}_{12}\text{N}_3\text{O}$, CAS:83657-24-3):纯度大于等于 99%。

4.12 标准储备溶液:准确称取适量烯唑醇标准品(4.11)于容量瓶中,用乙腈(4.3)溶解将其配制成浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备溶液。标准储备溶液在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存,有效期为 6 个月。

4.13 标准中间溶液:准确吸取适量标准储备溶液(4.12)于容量瓶中,用乙腈(4.3)溶解将其配制成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准中间溶液。标准中间溶液在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存,有效期为 3 个月。

4.14 标准工作溶液:根据检测需要移取一定体积的标准中间溶液(4.13)逐级用乙腈-0.1%甲酸溶液(4.10)稀释成浓度分别为 0.002 mg/L、0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、