

DB22

吉林省地方标准

DB 22/T 2207—2014

人参中精甲霜灵、己唑醇和肟菌酯残留量的 测定 高效液相色谱-质谱/质谱法

Determination of residues of metalaxyl-M, hexaconazole and trifloxystrobin in
ginseng High performance liquid chromatography -tandem mass spectrometry

2014 - 12 - 11 发布

2014 - 12 - 30 实施

吉林省质量技术监督局 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009和GB/T 20001.4-2001给出的规则起草。

本标准由吉林省农业委员会提出并归口。

本标准起草单位：吉林农业大学、吉林省参茸办公室、吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：高洁、许允成、冯家、白庆荣、倪淑凤、李爱军、王春伟、杨丽娜、陈长卿、王雪、王燕、刘丽萍、张凯新、张燕超、刘畅、姜云、闫嘉琦、吕彦斌、王睿。

人参中精甲霜灵、己唑醇和肟菌酯残留量的测定 高效液相色谱-质谱/质谱法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了人参中精甲霜灵、己唑醇和肟菌酯残留量的高效液相色谱-质谱/质谱测定方法。本标准适用于鲜人参根、茎、叶和干人参根中精甲霜灵、己唑醇和肟菌酯残留量的测定。

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，仅所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 6379 测试方法与结果的准确度（准确度与精密度）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试料中的精甲霜灵和肟菌酯用丙酮提取，己唑醇用乙腈提取，经PSA固相萃取小柱净化，用乙腈-甲苯混合溶液（3+1）洗脱，用高效液相色谱-质谱/质谱仪检测，外标法定量。

4 试剂与材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 乙腈 (CH_3CN)：色谱纯。

4.2 甲苯 (C_7H_8)：色谱纯。

4.3 丙酮 ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$)：色谱纯。

4.4 甲酸 (HCOOH)：色谱纯。

4.5 乙腈-甲苯混合溶液 (3+1)：量取 3 份乙腈和 1 份甲苯，混匀。

4.6 0.1%甲酸水溶液：1 份甲酸+999 份水。

4.7 乙腈-0.1%甲酸 (3+1)：量取 3 份乙腈和 1 份 0.1%甲酸水，混匀。

4.8 有机相微孔滤膜：0.22 μm 。

4.9 PSA(N-丙基乙二胺)固相萃取柱：500 mg/6 mL 或相当者；使用前，用 10 mL 乙腈-甲苯 (4.5) 活化。

4.10 农药标准品

4.10.1 精甲霜灵 ($\text{C}_{15}\text{H}_{21}\text{NO}_4$ ，纯度为 99.5%，CAS No. 70630-17-0)。

4.10.2 𧀵菌酯 (C₂₀H₁₉F₃N₂O₄, 纯度为 99.0%, CAS No. 141517-21-7)。

4.10.3 己唑醇 (C₆H₁₂N₂S₄, 纯度为 99.0%, CAS No. 79983-71-4)。

4.11 标准储备液: 分别称取精甲霜灵和𧀵菌酯标准品 10.0 mg (精确至 0.1 mg), 分别置于 100 mL 棕色容量瓶中, 用丙酮溶解, 并定容配制成浓度 100 μg/mL 的标准储备液; 称取己唑醇标准品 10.0 mg (精确至 0.1 mg), 分别置于 100 mL 棕色容量瓶中, 用乙腈溶解, 并定容配制成浓度 100 μg/mL 的标准储备液, 4℃以下保存。

4.12 标准工作液的制备: 准确移取标准储备溶液, 精甲霜灵和𧀵菌酯用丙酮, 己唑醇用乙腈稀释、定容, 配制成需要的工作标准溶液, 现用现配。

5 仪器

5.1 高效液相色谱三重四级杆串联质谱仪。

5.2 天平: 感量为 0.001 g 和 0.0001 g。

5.3 高速离心机: 10000 r/min。

5.4 涡旋混合器。

5.5 旋转蒸发仪。

5.6 组织捣碎机。

5.7 高速粉碎机。

6 试样制备

6.1 鲜人参根、茎和叶: 分别取不少于 200 g 试样, 置于组织捣碎机中捣碎、混匀, 装入聚乙烯塑料袋中, 密封, 于-20℃保存。

6.2 人参干品制备: 取不少于 200 g 人参试样, 80℃烘干, 并粉碎过 180±7.6 μm 筛, 装入洁净容器中, 密封保存。

7 分析步骤

7.1 试料称量

7.1.1 鲜样称量

在常温下解冻并均匀混合后, 称取约 20.0 g, 精确到 1.0 mg, 于 200 mL 离心管中。

7.1.2 干样称量

称取约10.0 g，精确到1.0 mg，于200 mL离心管中。

7.2 试料测定

7.2.1 提取

7.2.1.1 精甲霜灵和肟菌酯：取称量好的试料，加入丙酮 80 mL，以适当方式（涡旋、震荡、超声等）提取（涡旋 5 min 为宜）后，以 5000 r/min 离心 5 min，取上清液，移至浓缩瓶中，再加入 80 mL 丙酮，重复提取一次，合并上清液，于 35 °C 下旋转浓缩至近干，加入乙腈-甲苯（4.5）5 mL 溶解，待净化。

7.2.1.2 己唑醇：取称量好的试料，加入乙腈 80 mL，以适当方式（涡旋、震荡、超声等）提取（涡旋 5 min 为宜）后，以 5000 r/min 离心 5 min，取上清液，移至浓缩瓶中，再加入 80 mL 乙腈，重复提取一次，合并上清液，于 35 °C 下旋转浓缩至近干，加入乙腈-甲苯（4.5）5 mL 溶解，待净化。

7.2.2 净化

用 10 mL 乙腈-甲苯（4.5）预淋洗固相萃取柱（4.9），淋洗液弃去。将 5 mL 提取液（7.2.1）倾入固相萃取柱中，用 20 mL 乙腈-甲苯（4.5）进行洗脱。收集全部洗脱液于 250 mL 浓缩瓶中，于 35 °C 水浴中旋转浓缩至近干。准确加入 2.0 mL 乙腈，加盖充分溶解，经 0.22 μm 滤膜过滤后于 1.5 mL 进样瓶中，供液相色谱-质谱/质谱测定。

7.2.3 测定

色谱参考条件：

- a) 色谱柱：C₁₈（Φ 2.1 mm×150 mm，粒径 5 μm）或相当者；
- b) 流动相及流速见表 1；
- c) 色谱柱温度：40 °C；
- d) 进样量：10 μL；

表1 流动相及流速选择

步骤	总时间/（min）	流速/（μL/min）	0.1%甲酸水溶液/（%）	乙腈/（%）
1	0.0	250	50	50
2	8.0	250	10	90
3	12.0	250	10	90
4	12.1	250	50	50
5	18.0	250	50	50

质谱参考条件：

- a) 扫描方式：正离子扫描，多反应监测 MRM；
- b) 离子源：电喷雾离子源（ESI）；
- c) 离子源温度（TEM）：725 °C；
- d) 电离方式：电喷雾电离源（ESI）；
- e) 电喷雾电压：± 5.0 kV；
- f) 定性离子对、定量离子对、去簇电压、碰撞能量、碰撞室出口电压见表 2。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/395142314031011140>