

团 体 标 准

T/ DSAT XXXX—2023

水果蔬菜中三苯基氢氧化锡(三苯基乙酸锡)
、苯丁锡、三唑锡(三环锡)含量的测定
液相色谱-电感耦合等离子体质谱法

(征求意见稿)

2023 - XX - XX 发布

2023 - XX - XX 实施

大连市分析测试学会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由大连市检验检测认证技术服务中心提出。

本文件由大连市分析测试学会归口。

本文件起草单位：大连市检验检测认证技术服务中心、中国科学院大连化学物理研究所。

本文件主要起草人：

本文件系首次发布。

水果蔬菜中三苯基氢氧化锡（三苯基乙酸锡）、苯丁锡、三唑锡（三环锡）含量的测定 液相色谱-电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了用液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定水果蔬菜中三苯基氢氧化锡（三苯基乙酸锡）、苯丁锡、三唑锡（三环锡）含量的检测方法。

本文件适用于水果蔬菜中三苯基氢氧化锡（三苯基乙酸锡）、苯丁锡、三唑锡（三环锡）含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经乙腈提取，提取液经分散固相萃取净化，提取液用液相色谱-电感耦合等离子体质谱法进行测定，采用外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙酸铵。

5.1.2 乙醇。

5.1.3 三乙胺。

5.1.4 乙腈。

5.1.5 丙酮。

5.1.6 QuEChERSs 试剂包（提取包：4g 硫酸镁、1g 氯化钠、1g 柠檬酸钠、0.5g 柠檬酸二氢钠；净化包：900 mg 硫酸镁、150mg PSA）。

5.1.7 三苯基氢氧化锡、三苯基乙酸锡：纯度>98 %

5.1.8 苯丁锡、三唑锡、三环锡、:100 mg/L。

5.2 试剂配制

5.2.1 乙酸铵溶液（0.5%）：称取 1g 乙酸铵（5.1.1）用水定容至 200 mL，混匀备用。

5.2.2 流动相：量取 850 mL 乙醇（5.1.2）用乙酸铵溶液（5.2.1）定容至 1000 mL，加入 1 mL 三乙胺（5.1.3），混匀后超声脱气 10 min 后备用。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 三苯基氢氧化锡（三苯基乙酸锡）标准储备液（1.0 mg/L）：称取 25 mg 三苯基氢氧化锡（三苯基乙酸锡）（5.1.7）到 25mL 容量瓶中，用丙酮（5.1.5）溶解定容至刻度。

5.3.2 苯丁锡、三唑锡（三环锡）标准混合储备液（1.0 mg/L）：分别吸取苯丁锡、三唑锡（三环锡）（5.1.8）标准溶液 100 μ L，置于 10 mL 容量瓶中，用乙醇（5.1.2）稀释至刻度。

注：标准物质名称、CAS号、分子式和相对分子量，参见附录C。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-电感耦合等离子体质谱仪。

6.2 涡旋振荡器。

6.3 离心机：转速 5000 r/min 以上

6.4 分析天平：感量 0.1 mg。

6.5 微孔滤膜：0.22 μ m。

7 分析步骤

7.1 试样处理

水果样品预先粉碎，放入自封袋内冷藏保存。称取 5.0 g 试样于 50mL 塑料离心管中，加入 10mL 乙腈（5.1.4），4g 硫酸镁、1g 氯化钠、1g 柠檬酸钠、0.5g 柠檬酸二氢钠，振荡 1min 后离心 5min，吸取 6mL 上清液加到含 900 mg 硫酸镁及 150mg PSA 的塑料离心管中，涡旋混匀 1min 后离心 5min，吸取上清液过微孔滤膜后测定。

7.2 标准工作溶液制备

分别吸取苯丁锡、三唑锡（三环锡）标准混合储备液（1.0 mg/L）和三苯基氢氧化锡（三苯基乙酸锡）标准储备液（1.0 mg/L）50 μ L、100 μ L、200 μ L、300 μ L、400 μ L 用乙醇定容至 10mL，该标准系列浓度为 5.0 μ g/L、10 μ g/L、20 μ g/L、30 μ g/L、40 μ g/L。

注：标准工作溶液需现用现配。

7.3 测定

参考仪器条件进行联机和调谐设定，依次采集标准曲线、样品空白、样品，外标法定量。五种含锡类农残标准溶液的色谱图参见附录A，仪器参考条件见附录B。

8 结果计算

试样中各含锡农药残留量按下式计算：

$$X_i = \frac{c \times V \times 1000}{m \times 1000}$$

式中：

X_i ——试样中被测物残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——试样中被测物的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样的定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）；1000——换算系数。

计算结果保留两位有效数字。

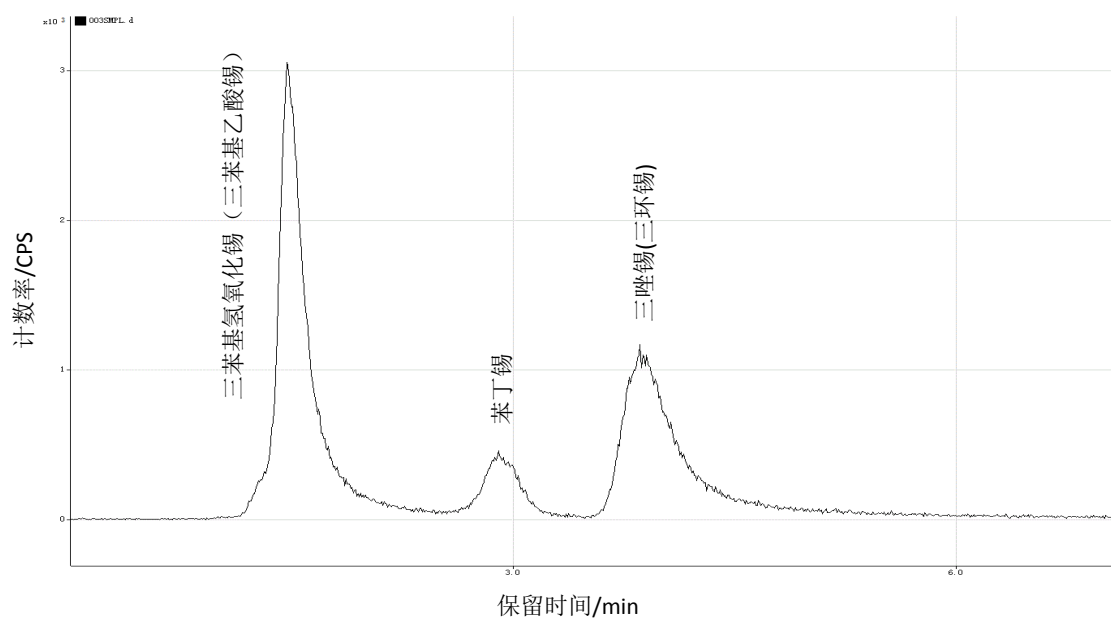
9 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的10%。

10 其他

当称样量为5 g时，三唑锡（三环锡）、三苯基氢氧化锡（三苯基乙酸锡）的定量限为0.005 mg/kg，苯丁锡的定量限为0.010 mg/kg。

附录 A
(资料性)
标准溶液色谱图



图A.1 三苯基氢氧化锡（三苯基乙酸锡）、苯丁锡、三唑锡（三环锡）标准溶液色谱图(0.01mg/L)

附录 B
(资料性)
仪器参考条件

B.1 液相色谱

B.1.1 色谱柱: C18 (100 mm×3.0mm 2.7 μ m)或等效柱。

B.1.2 流速: 0.4 mL/min。

B.1.3 进样体积: 20 μ L。

B.2 电感耦合等离子体质谱

B.2.1 功率: 1550 W。

B.2.2 采样深度: 10 mm。

B.2.3 采集质量数: 118。

B.2.4 雾化器: 同心雾化器, 自动提升。

B.2.5 载气流速: 0.65 L/min。

B.2.6 辅助气流速: 0.13 L/min。

B.2.7 积分时间: 0.5 s。

附录 C

(资料性)

标准物质名称、CAS 号、分子式、相对分子量

表C.1 标准物质名称、CAS 号、分子式、相对分子量

序号	名称	CAS号	化学式	相对分子量
1	三苯基氢氧化锡	76-87-9	$C_{18}H_{16}OSn$	367.03
2	三苯基乙酸锡	900-95-8	$C_{20}H_{18}O_2Sn$	409.07
3	苯丁锡	13356-08-6	$C_{60}H_{78}OSn_2$	1052.68
4	三唑锡	41083-11-8	$C_{20}H_{35}N_3Sn$	436.22
5	三环锡	236-049-1	$C_{18}H_{34}OSn$	385.16