

ICS 67.060
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 23818—2009

GB/T 23818—2009

大豆中咪唑啉酮类除草剂残留量的测定

Determination of imidazolinone herbicide residues in soybean

中华人民共和国
国家标准
大豆中咪唑啉酮类除草剂残留量的测定
GB/T 23818—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2009年8月第一版 2009年8月第一次印刷

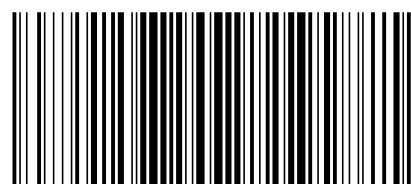
*

书号: 155066·1-38304 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 23818—2009

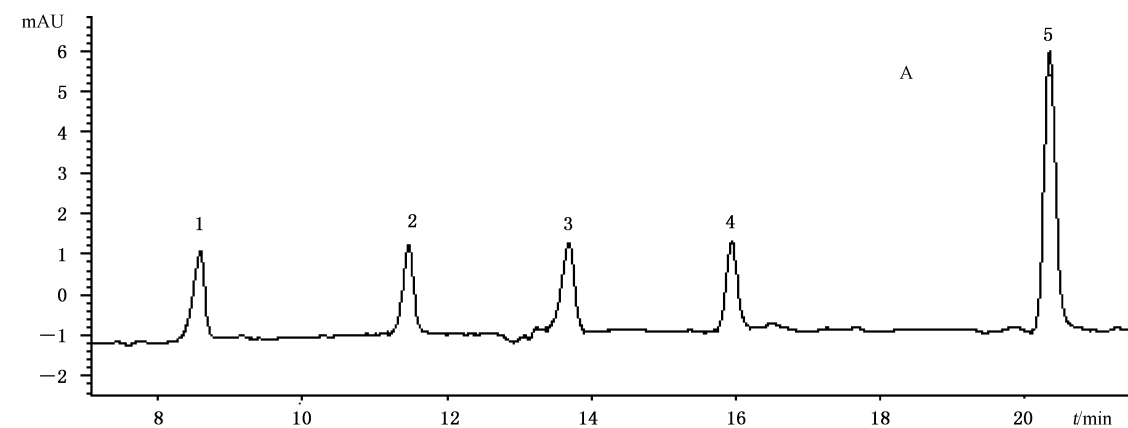
2009-05-25 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

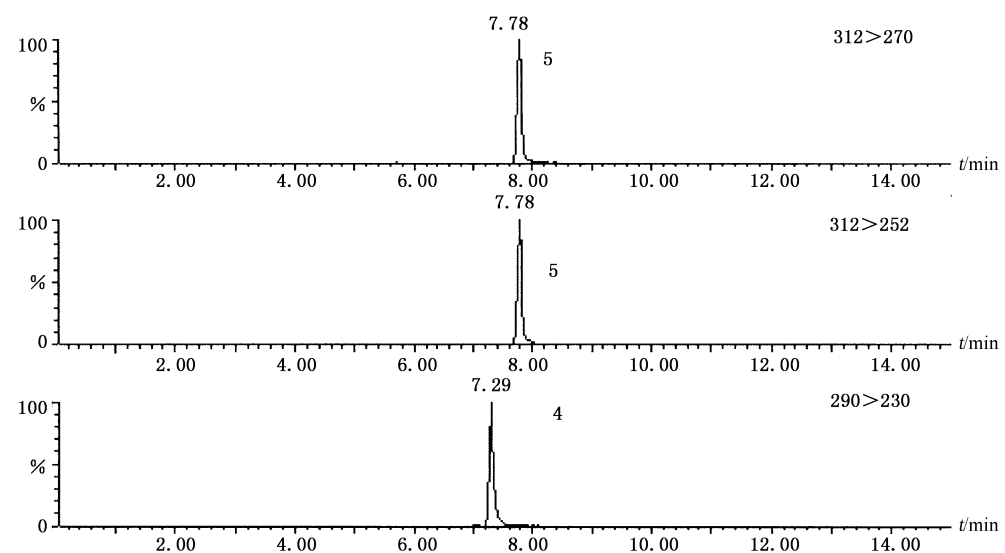
附录 B
(资料性附录)

咪唑啉酮类农药标准物质液相色谱图和多反应监测离子流色谱图



- 1—咪唑烟酸;
- 2—甲基咪草烟;
- 3—咪唑乙烟酸;
- 4—咪草酸甲酯;
- 5—咪唑啉酸。

图 B.1 标准物质液相色谱图



- 1—咪唑烟酸;
- 2—甲基咪草烟;
- 3—咪唑乙烟酸;
- 4—咪草酸甲酯;
- 5—咪唑啉酸。

图 B.2 标准物质多反应监测离子流色谱图

前 言

本标准的附录 A、附录 B 均为资料性附录。

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：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国江西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李晓娟、祁彦、张新忠、占春瑞、陈冬东、代汉慧、彭涛、贾然、李建忠、杨强、李淑娟、储晓刚。

附录 A
(资料性附录)

高效液相色谱法和液相色谱-质谱/质谱法测定参数¹⁾

表 A.1 HPLC 流动相梯度洗脱条件

洗脱时间/min	磷酸水溶液(pH 2.5)/%	乙腈/%
0.00	90	10
1.75	80	20
14.00	68	32
20.00	62	38
23.00	54	46
23.01	10	90
28.00	0	100
28.01	90	10
35.00	90	10

表 A.2 LC-MS/MS 流动相梯度洗脱程序

洗脱时间/min	0.1%甲酸水溶液/%	乙腈/%
0.00	90	10
5.00	30	70
10.00	10	90
18.00	90	10

表 A.3 LC-MS/MS 质谱条件

电离方式	ESI ⁺
毛细管电压	3.0 kV
源温度	120 °C
去溶剂温度	350 °C
锥孔气流	氮气,100 L/h
去溶剂气流	氮气,600 L/h
碰撞气压	氩气,2.50×10 ⁻⁵ Pa
监测模式	多反应监测 (MRM)

1) 非商业性声明:附录 A 所列参数是在 Waters Quattro Ultima Pt 质谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的仪器。

大豆中咪唑啉酮类除草剂残留量的测定

1 范围

本标准规定了大豆籽粒中咪唑烟酸、甲基咪草烟、咪草酸甲酯、咪唑乙烟酸、咪唑啉酸残留量的高效液相色谱和液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于大豆籽粒中咪唑烟酸、甲基咪草烟、咪草酸甲酯、咪唑乙烟酸、咪唑啉酸残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

试样用二氯甲烷提取,凝胶渗透色谱法和液液分配法净化,高效液相色谱法和液相色谱-质谱/质谱法测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 正己烷:色谱纯。

4.3 二氯甲烷。

4.4 磷酸。

4.5 滤膜:0.22 μm,有机相。

4.6 标准物质

4.6.1 咪唑烟酸(imazapyr,CAS No. 81334-34-1):纯度大于等于 99%。

4.6.2 甲基咪草烟(imazapic,CAS No. 104098-48-8):纯度大于等于 99%。

4.6.3 咪草酸甲酯(imazamethabenz-methyl,CAS No. 81405-85-8):纯度大于等于 99.5%。

4.6.4 咪唑乙烟酸(imazethapyr,CAS No. 81335-77-5):纯度大于等于 99%。

4.6.5 咪唑啉酸(imazaquin,CAS No. 81335-37-7):纯度大于等于 99.5%。

4.7 标准储备溶液:分别准确称取各标准物质 10 mg(精确至 0.1 mg),用乙腈溶解并定容至 100 mL,配制成浓度为 100 μg/mL 的标准储备溶液,各标准储备溶液于 0 °C~4 °C 避光保存。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

5.2 液相色谱-质谱/质谱仪:配有电喷雾电离源。

5.3 粉碎机。

5.4 样品筛:筛孔尺寸 0.425 mm。

5.5 分析天平:感量为 0.1 mg 和 1 mg。