

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2228—2008

进出口食品中 31 种酸性除草剂
残留量的检测方法
气相色谱-质谱法

Determination of 31 acid pesticide residues in foods for
import and export—GC-MS method

2008-11-18 发布

2009-06-01 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

本标准的附录 A 和附录 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、张莹、黄志强、黄萍、李拥军、王美玲。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口食品中 31 种酸性除草剂 残留量的检测方法 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了食品中 31 种酸性除草剂残留量的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于大米、糙米、大麦、小麦和玉米中二氯皮考啉酸、对氯苯氧乙酸、2-苯基苯酚、麦草畏、2 甲 4 氯、2,4-滴丙酸、溴苯腈、2,4-滴、三氯吡氧乙酸、1-萘乙酸/NAA、5-氯苯酚、2,4,5 滴丙酸、草灭平、2 甲 4 氯丁酸、2,4,5-涕、氟草烟、2,4-滴丁酸、苯达松、溴苯腈、毒莠定、二氯喹啉酸、吡氟禾草灵、吡氟氯禾灵、麦草氟、三氟羧草醚、水杨菌胺、嘧草硫醚、环酰菌胺、氯甲酰草胺、喹禾灵、双草醚等 31 种酸性除草剂残留量的测定。

2 方法提要

试样用丙酮酸性水溶液提取,挥去提取液中丙酮后,经乙酸乙酯液液分配、凝胶渗透色谱仪(GPC)净化后,用三甲基硅烷化重氮甲烷衍生化,衍生化产物过弗罗里硅土固相萃取柱进一步净化,用气相色谱-质谱仪(GC-MS)选择离子监测方式(SIM)测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

- 3.1 丙酮:优级纯。
- 3.2 正己烷:优级纯。
- 3.3 环己烷:色谱纯。
- 3.4 甲醇:色谱纯。
- 3.5 苯:色谱纯。
- 3.6 乙酸乙酯:色谱纯。
- 3.7 氯化钠。
- 3.8 氯化钠溶液(15%):称取 150 g 氯化钠(3.7)溶于水中,定容至 1 000 mL。
- 3.9 浓盐酸:优级纯。
- 3.10 盐酸溶液(0.1 mol/L):准确移取 9 mL(3.9)溶于水中,定容至 1 000 mL。
- 3.11 盐酸溶液(4.0 mol/L):准确移取 360 mL(3.9)溶于水中,定容至 1 000 mL。
- 3.12 三甲基硅烷化重氮甲烷正己烷溶液(2.0 mol/L)。
- 3.13 丙酮-环己烷提取液(2+8,体积比):准确移取 20 mL 丙酮(3.1)和 80 mL 环己烷(3.3)混合均匀。
- 3.14 丙酮-正己烷提取液(2+8,体积比):准确移取 20 mL 丙酮(3.1)和 80 mL 正己烷(3.2)混合均匀。
- 3.15 甲醇-苯提取液(2+8,体积比):准确移取 20 mL 甲醇(3.4)和 80 mL 苯(3.5)混合均匀。
- 3.16 农药标准品:二氯皮考啉酸、对氯苯氧乙酸、2-苯基苯酚、麦草畏、2 甲 4 氯、2,4-滴丙酸、溴苯腈、2,4-滴、三氯吡氧乙酸、1-萘乙酸/NAA、5-氯苯酚、2,4,5 滴丙酸、草灭平、2 甲 4 氯丁酸、2,4,5-涕、氟草烟、2,4-滴丁酸、苯达松、溴苯腈、毒莠定、二氯喹啉酸、吡氟禾草灵、吡氟氯禾灵、麦草氟、三氟羧草醚、水