

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3628—2013

出口植物源食品中二硝基苯胺类除草剂 残留量测定 气相色谱-质谱/质谱法

Determination of 11 dinitroaniline herbicide residues in botanical foodstuffs
for export—GC-MS/MS method

2013-08-30 发布

2014-03-01 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。

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：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈其勇、陈旭艳、章骅、肖亚兵、王云凤、何佳、常春艳。

出口植物源食品中二硝基苯胺类除草剂 残留量测定 气相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了出口植物源食品中乙丁烯氟灵、氟乐灵、乙丁氟灵、环丙氟灵、氯乙氟灵、氨基乙氟灵、氨基丙氟灵、双丁乐灵、异丙乐灵、二甲戊乐灵、磺乐灵共 11 种二硝基苯胺类除草剂残留量的气相色谱串联质谱检测方法。

本标准适用于大豆、大米、小麦、洋葱、卷心菜、柑橘和苹果中 11 种二硝基苯胺类除草剂残留量的测定。

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

试样中残留的二硝基苯胺类除草剂经含 1% 冰乙酸的经正己烷饱和过的乙腈溶液提取,提取液经 N-丙基乙二胺(PSA)、十八烷基硅烷(C_{18})净化,用气相色谱-质谱/质谱检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 正己烷:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 冰乙酸:色谱纯。

4.4 无水硫酸镁:经 650 °C 灼烧 4 h,保存在干燥器中。

4.5 提取溶剂(含 1% 冰乙酸的经正己烷饱和过的乙腈溶液):加 10 mL 冰乙酸到 990 mL 正己烷饱和过的乙腈中。

4.6 二硝基苯胺类除草剂标准品:纯度均大于 98.0%,标准物质信息参见附录 A。

4.7 标准储备溶液:准确称取适量二硝基苯胺类除草剂标准品(4.6),精确至 0.1 mg,经正己烷溶解、稀释并定容至 10 mL,配制成浓度为 1 mg/mL 的标准储备溶液。此溶液在 0 °C~4 °C 条件下避光可储存 6 个月。

4.8 混合标准中间溶液:根据需要逐级稀释混合标准储备溶液(4.7),配制成适当浓度的混合标准工作溶液,此溶液在 0 °C~4 °C 条件下避光可储存 1 个月。

4.9 N-丙基乙二胺(PSA)吸附剂:40 μm ~100 μm 。

4.10 十八烷基硅烷(C_{18})吸附剂:40 μm ~100 μm 。