

ICS 65.160
X 87
备案号:33248—2011

YC

中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 405.3—2011

YC/T 405.3—2011

烟草及烟草制品 多种农药残留量的测定 第3部分:气相色谱质谱联用和 气相色谱法

Tobacco and tobacco products—Determination of multi-pesticide residues—
Part 3: Gas chromatography-mass spectrometry method and gas chromatographic
methods

中华人民共和国烟草
行业标准
烟草及烟草制品 多种农药残留量的测定
第3部分:气相色谱质谱联用和
气相色谱法
YC/T 405.3—2011

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 1 字数 21 千字
2011年12月第一版 2011年12月第一次印刷

*
书号:155066·2-22709 定价 18.00 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)68510107



YC/T 405.3-2011

2011-08-02 发布

2011-09-01 实施

国家烟草专卖局 发布

C.2 按照本部分所规定方法,对试样萃取液进行 GC-MS 选择离子或 GC-ECD 分析,所得到色谱图如图 C.3 和图 C.4 所示。

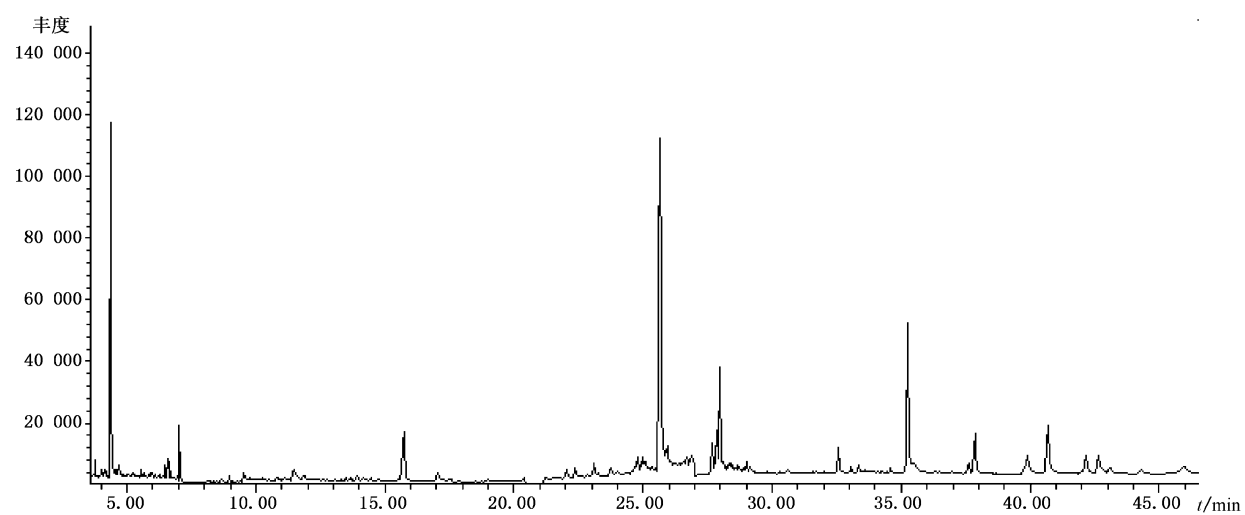


图 C.3 适用于 GC-MS 的试样萃取液色谱图

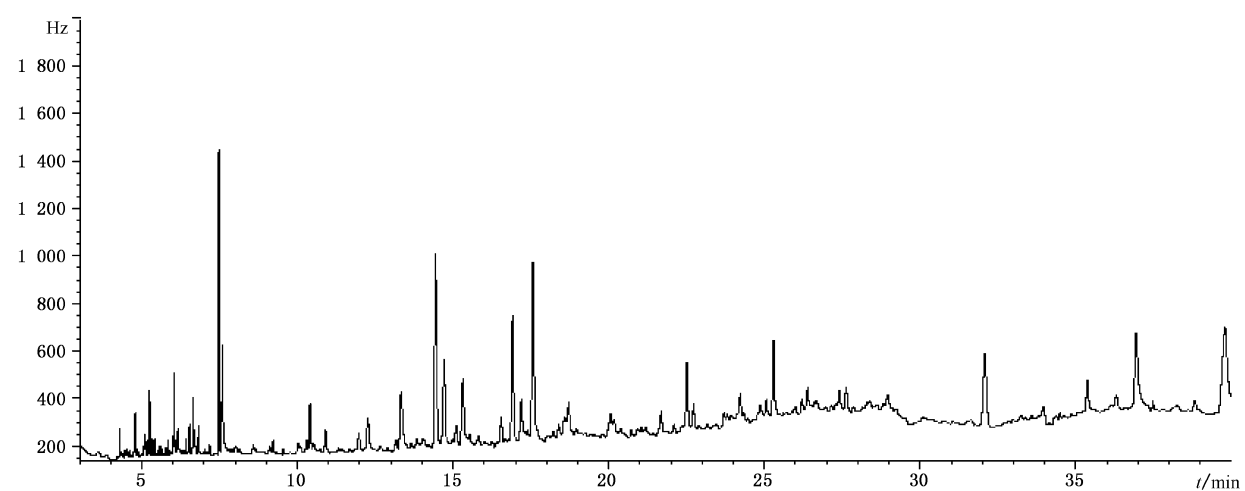


图 C.4 适用于 GC-ECD 的试样萃取液色谱图

前 言

YC/T 405《烟草及烟草制品 多种农药残留量的测定》共分以下五部分:

- 第 1 部分:高效液相色谱-串联质谱法;
- 第 2 部分:有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定 气相色谱法;
- 第 3 部分:气相色谱质谱联用和气相色谱法;
- 第 4 部分:二硫代氨基甲酸酯农药残留量的测定 气相色谱质谱联用法;
- 第 5 部分:马来酰肼农药残留量的测定 高效液相色谱法。

本部分为 YC/T 405 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2001 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。

本部分由国家烟草专卖局提出。

本部分由全国烟草标准化技术委员会卷烟分技术委员会(SAC/TC 144/SC 1)归口。

本部分起草单位:国家烟草质量监督检验中心、中国烟草总公司郑州烟草研究院、中国烟草标准化研究中心、红塔烟草(集团)有限责任公司、湖北中烟工业有限责任公司。

本部分主要起草人:唐纲岭、边照阳、胡斌、刘惠民、张洪非、王洪波、李栋、陆舍铭、沈军。

附录 B
(资料性附录)

质谱检测器监测农药的保留时间及选择离子

质谱检测器监测农药的保留时间及选择离子见表 B.1。

表 B.1 质谱检测器监测农药的保留时间及选择离子

序号	农药	保留时间 min	离子 1	离子 2	离子 3	离子 4
1	益棉磷	30.65	132	160	77	105
2	谷硫磷	29.65	160	132	77	105
3	溴硫磷	20.08	331	329	125	333
4	克菌丹	21.23	79	80	151	77
5	灭螨猛	21.9	206	234	116	148
6	毒虫畏	20.98,21.57	267	269	323	325
7	甲基毒死蜱	16.59	286	288	125	290
8	甲基内吸磷	12.63	88	60	170	89
9	滴滴畏	5.83	109	185	79	187
10	甲氟磷	4.01	44	110	154	42
11	乙拌磷	14.55	88	89	97	142
12	皮蝇硫磷	17.33	285	287	125	289
13	杀螟硫磷	18.07	277	125	109	260
14	异菌脲	28.39	187	314	189	244
15	甲霜灵	17.34	206	45	160	249
16	甲胺磷	5.66	94	95	141	47
17	烯虫酯	20.90,22.33	73	111	81	109
18	速灭磷(E)	7.59	127	192	109	67
19	二溴磷	11.16	109	145	185	79
20	乙基对硫磷	19.27	291	109	97	139
21	甲基对硫磷	16.59	263	109	125	79
22	戊菌唑	21.03	248	159	161	250
23	磷胺(E)	14.45	127	264	72	138
24	磷胺(Z)	16.25	127	264	72	138
25	特丁硫磷	13.80	231	57	103	153
26	虫线磷	10.26	96	97	107	143
内标	氯唑磷	15.05	161	119	162	97

烟草及烟草制品 多种农药残留量的测定
第 3 部分:气相色谱质谱联用和
气相色谱法

1 范围

YC/T 405 的本部分规定了烟草及烟草制品中 38 种农药残留量的气相色谱质谱联用和气相色谱测定方法。

本部分适用于附录 A 中表 A.1、表 A.2 中所列农药残留量的测定。本方法检出限和定量限参见附录 A 中表 A.1 和表 A.2。

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

YC/T 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

3 原理

向粉碎的样品中添加适量水,充分浸润后使用乙腈和甲苯振荡提取,萃取液经 N-丙基乙二胺键合固相吸附剂(PSA 吸附剂)初步净化,再进行硅胶固相萃取柱或弗罗里硅土固相萃取柱净化,使用气相色谱质谱联用仪(GC-MS)或气相色谱仪(配电子捕获检测器,GC-ECD)测定。

4 试剂和材料

所有试剂应适用于农药残留量分析,并应采用与样品测定(萃取和 GC-MS 法及 GC-ECD 法测定)相同的方法做空白试验以检查其纯度,空白溶剂色谱图的基线上应没有影响残留农药测定的峰出现。水应达到 GB/T 6682 一级水的要求。

4.1 乙腈,农残级。

4.2 甲苯,农残级。

4.3 丙酮,农残级。

4.4 异辛烷,农残级。

4.5 混合溶剂,甲苯:异辛烷为 1:1(体积比)。

4.6 无水硫酸镁,分析纯。用前应在 650 °C 灼烧 4 h,贮存于干燥器中备用。

4.7 氯化钠,分析纯。

4.8 N-丙基乙二胺键合固相吸附剂(PSA 吸附剂)。

4.9 柠檬酸钠,分析纯。

4.10 柠檬酸氢二钠,分析纯。