



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1737.5—2010

除草剂残留量检验方法
第5部分：液相色谱-质谱/质谱法
测定进出口食品中硫代氨基甲酸酯类
除草剂残留量

Determination of herbicide residues—
Part 5: Determination of thiocarbamate herbicide residues
in foodstuffs for import and export—by LC-MS/MS

2010-01-10 发布

2010-07-16 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

SN/T 1737《除草剂残留量检验方法》共分为 5 部分：

- 第 1 部分：气相色谱串联质谱法测定粮谷及油籽中酰胺类除草剂残留量；
- 第 2 部分：气相色谱/质谱法测定粮谷及油籽中二苯醚类除草剂残留量；
- 第 3 部分：液相色谱-质谱/质谱法测定进出口食品中环己烯酮类除草剂残留量；
- 第 4 部分：液相色谱-质谱/质谱法测定进出口食品中芳氧苯氧丙酸酯类除草剂残留量；
- 第 5 部分：液相色谱-质谱/质谱法测定进出口食品中硫代氨基甲酸酯类除草剂残留量。

本部分为 SN/T 1737 的第 5 部分。

本部分的附录 A、附录 B 和附录 C 均为资料性附录。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：深圳市检验检疫科学研究院、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：沈金灿、葛丽雅、吕敬章、肖来龙、熊贝贝、陈波。

除草剂残留量检验方法

第5部分：液相色谱-质谱/质谱法

测定进出口食品中硫代氨基甲酸酯类 除草剂残留量

1 范围

SN/T 1737 的本部分规定了进出口食品中禾草敌、克草敌、灭草敌、野麦畏、燕麦敌、禾草丹、环草敌、茵草敌和丁草敌的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本部分适用于大米、大豆、白萝卜、小白菜、椰菜、生姜、茶叶、花生、橙子、葡萄、鸡肉、鸡肝和鱼肉中禾草敌、克草敌、灭草敌、野麦畏、燕麦敌、禾草丹、环草敌、茵草敌和丁草敌残留量的检测与确证。

2 方法提要

采用乙腈提取试样中残留的硫代氨基甲酸酯除草剂，提取液经 HLB 和 Envi-Carb 固相萃取柱净化，液相色谱-质谱/质谱检测和确证，内标法定量。

3 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为去离子水。

3.1 乙腈：高效液相色谱纯。

3.2 正己烷。

3.3 丙酮。

3.4 乙酸：高效液相色谱纯。

3.5 氯化钠。

3.6 正己烷-丙酮溶液(7+3, 体积比)。

3.7 乙腈-水溶液(1+1, 体积比)。

3.8 标准物质：参见附录 A 表 A.1, 纯度均大于 99%。

3.9 内标标准物质： D_3 -甲萘威, 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3.10 标准储备溶液：100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确称取适量的各种硫代氨基甲酸酯标准物质(3.8), 用乙腈(3.1)配制浓度为 100 mg/L 的标准储备溶液，避光-18 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

3.11 混合标准中间溶液：1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。吸取每种适量标准储备溶液(3.10), 用乙腈稀释成 1.0 mg/L 的混合标准工作溶液，避光-18 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

3.12 内标中间溶液：1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确吸取适量的内标标准物质(3.9), 用乙腈配制浓度为 1.0 mg/L 内标工作溶液，避光-18 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

3.13 基质混合标准工作溶液：吸取适量的混合标准中间溶液(3.11)和内标中间溶液(3.12), 用空白样品提取液配成浓度为 0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、40.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的基质混合标准工作溶液，内标浓度均为 20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。当天配制。

3.14 HLB 固相萃取柱或相当者：200 mg , 6 mL 。用前用 5 mL 乙腈处理，保持柱体湿润。

3.15 Envi-Carb 固相萃取柱或相当者：200 mg , 3 mL 。用前用 5 mL 正己烷-丙酮溶液(3.6)处理，保持柱体湿润。

3.16 微孔滤膜：0.22 μm , 有机相型。