

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1737.2—2007

除草剂残留量检验方法
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

Determination of herbicides residues—
Part 2: Determination of diphenyl ether herbicides residues
in cereal and oilseed by GC/MS method

2007-12-24 发布

2008-07-01 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

SN/T 1737《除草剂残留量检验方法》共分为两个部分：

——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。

本部分为 SN/T 1737 的第 2 部分。

本部分的附录 A 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：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：靳保辉、谢丽琪、林燕奎、蓝芳、陈沛金、吴卫东、林黎、赵琼辉。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

除草剂残留量检验方法

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

1 范围

SN/T 1737 的本部分规定了粮谷与油籽中环庚草醚、甲氧除草醚、苯草醚、甲羧除草醚、氟咯草酮、乳氟禾草灵、除草醚、乙氧氟草醚、乙羧氟草醚 9 种二苯醚类除草剂残留量的气相色谱/质谱检测方法。

本部分适用于大米与大豆中 9 种二苯醚类除草剂残留量的检测与确证。

2 方法提要

试样用乙腈提取,弗罗里硅土固相萃取柱净化,气相色谱/质谱仪测定,外标法定量。

3 试剂材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为一级水。

3.1 丙酮:色谱纯。

3.2 乙腈:优级纯。

3.3 正己烷:色谱纯。

3.4 无水硫酸钠:经 650℃灼烧 4 h,置于干燥器中备用。

3.5 二苯醚类除草剂标准品:甲羧除草醚($C_{11}H_9Cl_2NO_2$, CAS No.: 42576-02-3)、氟咯草酮($C_{13}H_7F_3N_2O_5$, CAS No.: 15457-05-3)、除草醚($C_{12}H_7Cl_2NO_3$, CAS No.: 1836-75-5)、乙氧氟草醚($C_{15}H_{11}ClF_3NO_4$, CAS No.: 42874-03-3)、苯草醚($C_{12}H_9ClN_2O_3$, CAS No.: 74070-46-5)、乙羧氟草醚($C_{18}H_{13}ClF_3NO_7$, CAS No.: 77501-90-7),纯度均大于 97.0%;乳氟禾草灵($C_{19}H_{15}ClF_3NO_7$, CAS No.: 77501-63-4)纯度大于 91.0%。环庚草醚($C_{18}H_{26}O_2$, CAS No.: 87818-31-3)和甲氧除草醚($C_{13}H_9Cl_2NO_4$, CAS No.: 32861-85-1)为液体标准,浓度为 10 mg/L,溶剂分别为正己烷和乙腈。

3.6 除草剂标准溶液:

- 标准储备溶液:准确称取适量的苯草醚、甲羧除草醚、氟咯草酮、乳氟禾草灵、除草醚、乙氧氟草醚、乙羧氟草醚,分别用丙酮溶解并定容至棕色容量瓶中,浓度相当于 1 000 mg/L,储备液贮存在 $-18^{\circ}C$ 以下;
- 混合标准中间溶液:准确吸取适量苯草醚、甲羧除草醚、氟咯草酮、乳氟禾草灵、除草醚、乙氧氟草醚、乙羧氟草醚标准储备溶液于棕色容量瓶中,用丙酮定容至刻度,各种二苯醚类除草剂的浓度为 10 mg/L,此中间溶液贮存在 $-18^{\circ}C$ 以下;
- 混合标准工作溶液:用丙酮将混合标准中间溶液按需要逐级稀释,并加入与其他二苯醚类除草剂等质量浓度的环庚草醚和甲氧除草醚,配为 9 种二苯醚类除草剂的混合标准工作溶液,混合标准工作溶液在 $0^{\circ}C \sim 4^{\circ}C$ 贮存。

3.7 弗罗里硅土固相萃取柱:500 mg,3 mL。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱联用仪,配电子轰击源。

4.2 涡旋混匀器。