



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1737.3—2010

除草剂残留量检验方法
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

Determination of herbicide residues—
Part 3: Determination of cyclohexanediones herbicide residues
in foodstuffs for import and export by LC-MS/MS method

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 3 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：中华人民共和国黑龙江出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：杨长志、刘永、王维、王传松、邓立育、汤敏顺、康庆贺、吴岩、程阳。

除草剂残留量检验方法

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

1 范围

SN/T 1737 的本部分规定了进出口食品中吡喃草酮、禾草灭、噻草酮、烯草酮、稀禾定、丁苯草酮、三甲苯草酮、环苯草酮残留量的液相色谱-质谱/质谱测定和确证方法。

本部分适用于大米、大豆、猪肉、牛肝、鸡肝、牛奶、橙子、蓝莓、菠菜、洋葱、核桃仁、茶叶中吡喃草酮、禾草灭、噻草酮、烯草酮、稀禾定、丁苯草酮、三甲苯草酮、环苯草酮残留量的检测。

2 方法提要

试样中残留的环己烯酮类除草剂用酸性乙腈或乙腈提取，提取液经 *N*-丙基乙二胺(PSA)、十八烷基硅烷(ODS)和石墨化炭黑净化，用液相色谱-质谱/质谱仪检测和确证，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 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 乙腈：色谱纯。

3.2 乙酸(99.5%)。

3.3 甲酸(88.0%)。

3.4 乙酸钠。

3.5 氯化钠。

3.6 无水硫酸镁：经 650 °C 灼烧 4 h，置于干燥器内备用。

3.7 1%乙酸乙腈溶液：取 10 mL 乙酸(3.2)，加入 990 mL 乙腈(3.1)，混匀。

3.8 60%乙腈水溶液：取 60 mL 乙腈，加入 40 mL 水，混匀。

3.9 甲酸-水溶液(0.2+999.8, 体积比)：取 0.2 mL 甲酸(3.3)，用水溶解并稀释至 1 000 mL。

3.10 环己烯酮类标准品：烯草酮(Clethodim)，CAS 编号：99129-21-2，纯度大于等于 99%；吡喃草酮(Tepaloxymid)，CAS 编号：149979-41-9，纯度大于等于 99%；噻草酮(Cycloxydim)，CAS 编号：101205-02-1，纯度大于等于 93.5%；三甲苯草酮(Tralkoxydim)，CAS 编号：87820-88-0，纯度大于等于 93.5%；禾草灭(Alloxydim-sodium)，CAS 编号：55635-13-7，纯度大于等于 98%；环苯草酮(Profoxydim-lithium)，CAS 编号：139001-49-3，纯度大于等于 98.5%；丁苯草酮(Butroxydim)，CAS 编号：138164-12-2；纯度大于等于 99%；稀禾定(Sethoxydim)，CAS 编号：74051-80-2，纯度大于等于 99%。

3.11 标准溶液：

3.11.1 环己烯酮类标准储备溶液：准确称取适量环己烯酮类的标准品，用乙腈溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中，得浓度为 100 μg/mL 的标准储备溶液，此溶液避光储存。

3.11.2 混合标准中间溶液：准确吸取环己烯酮类的标准储备溶液各 2.5 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中，