



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4671—2016

进出口棉花中草甘膦及其代谢物 残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of glyphosate and its metabolite residue
in cotton for import and export—
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry method

2016-12-12 发布

2017-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局检验检疫技术中心、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局丝类检测中心。

本标准主要起草人：黄超群、谢文、陆勋元、董锁拽、吴娟、童赟恺、谢韵第、何建敏。

行业标准信息平台

进出口棉花中草甘膦及其代谢物 残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了进出口棉花中草甘膦及其代谢物氨甲基膦酸农药残留量的液相色谱-质谱/质谱仪方法。

本标准适用于棉花中草甘膦及其代谢物氨甲基膦酸的测定和确证。

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 原理

试样经水振荡提取,与茚甲氧羰酰氯(FMOC-Cl)衍生反应后,液相色谱-质谱/质谱法测定,内标法定量。

4 试剂和材料

除特殊注明外,所用试剂均为色谱纯,所用水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇。

4.2 丙酮。

4.3 乙酸铵。

4.4 硼酸钠:分析纯。

4.5 茚甲氧羰酰氯(FMOC-Cl):纯度不低于 97.0%,低于 5 °C 保存。

4.6 乙酸铵溶液:5 mmol/L,称取 0.39 g 乙酸铵(4.3),用水溶解并定容至 1 000 mL。

4.7 硼酸盐缓冲溶液:5%,称取 5 g 硼酸钠(4.4),用水溶解并定容至 100 mL。

4.8 FMOC-Cl 丙酮溶液:20 g/L,称取 0.2 g FMOC-Cl(4.5),用丙酮溶解并定容至 10 mL。

4.9 标准物质:草甘膦,CAS 号 1071-83-6,纯度不低于 98%;氨甲基膦酸,CAS 号 1066-51-9,纯度不低于 98%;草甘膦-¹³C¹⁵N,100 μg/mL;氨甲基膦酸-¹³C¹⁵N,100 μg/mL。

4.10 标准储备液:分别准确称取适量的草甘膦和氨甲基膦酸标准物质(精确至 0.1 mg),用水溶解并定容,配制成浓度为 100 μg/mL 的标准储备液,4 °C 保存。

4.11 草甘膦和氨甲基膦酸标准中间液:准确移取适量草甘膦和氨甲基膦酸标准储备液(4.10),用水稀释并定容,配制成浓度为 1.0 μg/mL 的混合标准中间液 I,4 °C 保存;

4.12 内标中间液:准确移取适量草甘膦-¹³C¹⁵N 和氨甲基膦酸-¹³C¹⁵N 标准物质(4.9),用水稀释并定容,配制成浓度为 1.0 μg/mL 的混合标准中间液 II。

4.13 标准工作液:根据需要,移取一定混合标准中间液 I 和 II,用水配制成浓度分别为 0.5 μg/L、