



中华人民共和国国家标准

GB/T 21925—2008

水中除草剂残留测定 液相色谱/质谱法

Determination of herbicide residues in water—
LC/MS method

2008-05-16 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

| | |
|---|---|
| 前言 | I |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 原理 | 1 |
| 4 试剂和材料 | 1 |
| 5 仪器和设备 | 1 |
| 6 推荐使用仪器条件 | 2 |
| 7 分析步骤 | 2 |
| 8 结果计算 | 3 |
| 9 精密度 | 3 |
| 附录 A(资料性附录) 五种除草剂标准物质 LC/MS 总离子流图 | 4 |
| 附录 B(资料性附录) 五种除草剂标准物质的质谱图 | 5 |

前 言

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局、中国国家标准化管理委员会提出。

本标准由中国国家标准化管理委员会归口。

本标准起草单位：国家农副加工食品质量监督检验中心、安徽国家农业标准化与监测中心。

本标准主要起草人：蒋俊树、聂磊、邵栋梁、刘铁兵、王彩霞、夏毅、陶运来。

水中除草剂残留测定

液相色谱/质谱法

1 范围

本标准规定了水中三嗪类除草剂莠去津、西玛津、扑草净和苯脲类除草剂绿麦隆、异丙隆等除草剂残留量的液相色谱/质谱测定方法。

本标准适用于农田灌溉用水、地表水、地下水等水中三嗪类和苯脲类除草剂残留量的测定。

本标准的检出限:扑草净为 0.05 $\mu\text{g/L}$,莠去津、西玛津、绿麦隆、异丙隆为 0.25 $\mu\text{g/L}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 12998 水质 采样技术指导

GB/T 12999 水质采样 样品的保存和管理技术规定

3 原理

水中三嗪类除草剂莠去津、西玛津、扑草净和苯脲类除草剂绿麦隆、异丙隆等,通过液液萃取、浓缩或 SPE 固相萃取柱富集、净化、洗脱,用液相色谱/质谱(LC/MS)联机定量检测。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为二次蒸馏超纯水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 丙酮:色谱纯。

4.4 二氯甲烷。

4.5 甲酸(85%)。

4.6 溶剂微孔过滤膜(水系),孔径 0.45 μm 。

4.7 标准样品:莠去津、西玛津、扑草净、绿麦隆、异丙隆(浓度 100 $\mu\text{g/mL}$)。

4.8 标准溶液:用乙腈配制标准样品为标准储备液,稀释标准储备液为单一成分浓度在 5 $\mu\text{g/L}$ ~500 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准溶液系列(混合标准溶液避光 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存,可使用一个月,建议现配现用)。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱/质谱仪(LC/MSD),离子源为大气压电喷雾离子源(API-ESI)。

5.2 色谱柱:SB-C₁₈ 100 mm \times 3.0 mm \times 3.5 μm 或相当极性色谱柱。

5.3 固相萃取小柱:SDB 500 mg/3 mL 或 SDB C₁₈(1 000 mg/6 mL)或相当者。

5.4 旋转蒸发器。

5.5 氮气吹干仪。