

土壤中丙环唑残留量的测定 气相色谱-质谱法

Determination of propiconazole residue in soil — GC-MS method

2016 - 05 - 31 发布

2016 - 07 - 01 实施

本标准仅供内部使用 不得翻印

本标准仅供内部使用 不得翻印

前 言

本标准按照 GB/T 1.1和GB/T 20001.4规则起草。

本标准由吉林省质量技术监督局提出

本标准由吉林省农业委员会归口。

本标准起草单位：吉林省产品质量监督检验院。

本标准主要起草人：刘俊会、庞博、郭迎迎、徐桂荣、张健、丁雪。

本标准仅供内部使用 不得翻印

本标准仅供内部使用 不得翻印

土壤中丙环唑残留量的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了采用气相色谱-质谱法测定土壤中丙环唑残留量的原理、试剂与材料、仪器与设备、分析步骤、结果计算和表述、精密度等。

本标准适用于土壤中丙环唑残留量的测定。

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，仅所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

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 原理

试样用乙酸乙酯提取，浓缩近干，经甲醇溶解、定容，用气相色谱-质谱仪进行检测，外标法定量。

4 试剂与材料

除另有说明外，所有试剂均为优级纯，实验用水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 丙环唑标准物质（Propiconazole, $C_{15}H_{17}ClN_3O_2$, CAS 编号：60207-90-7）：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.2 乙酸乙酯（ $CH_3COOC_2H_5$ ）。

4.3 甲醇（ CH_3OH ）。

4.4 乙腈（ CH_3CN ）。

4.5 标准贮备液：准确称取适量的丙环唑 10 mg（准确到 0.01 mg），用乙酸乙酯配制成质量浓度为 1000 $\mu g/mL$ 标准储备溶液，于 0 $^{\circ}C$ ~4 $^{\circ}C$ 储存。

4.6 标准工作溶液：根据需要用空白基质提取液将储备液稀释配制成适当浓度的标准工作溶液，供气相色谱-质谱测定使用，现用现配。

4.7 有机相滤膜：0.22 μm 。

5 仪器与设备

5.1 气相色谱-质谱仪（GC/MS）。

5.1.1 气相色谱参考条件：

- 色谱柱：DB-1701 弹性石英毛细管色谱柱，30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm ；
- 进样口温度：250 $^{\circ}C$ ，检测器温度：300 $^{\circ}C$ ；

- c) 升温程序: 初始柱温 80 °C, 保持 1 min, 以 15 °C/min 升温至 230 °C, 保持 1 min, 再以 4 °C/min 升温至 250 °C, 保持 5 min, 最后以 20 °C/min 升温至 270 °C, 保持 5 min;
- d) 载气: 氦气 (纯度≥99.999%), 流速 0.6 mL/min;
- e) 进样量: 1 μL, 进样方式为不分流进样。

5.1.2 质谱参考条件:

- a) 电离方式: EI;
- b) 电离能量: 70 eV;
- c) 色谱-质谱接口温度: 270°C;
- d) 测定方式: 选择离子监测方式 (SIM);
- e) 监测离子 (m/z): 259, 173, 191, 261; 定量离子 (m/z): 259;
- f) 溶剂延迟: 10 min。

5.2 其他

- 5.2.1 分析天平: 感量 0.01 mg。
- 5.2.2 天平: 感量 0.01 g。
- 5.2.3 回旋振荡器。
- 5.2.4 旋转蒸发器。

6 分析步骤

6.1 样品采集

按照HJ/T 166的相关规定进行土壤样品的采集。

6.2 试样制备和处理

称取待测试样10 g (准确到0.01 g), 置于150 mL锥形瓶中, 加入50 mL乙酸乙酯在回旋振荡器上振荡40 min, 静置5 min, 过滤于150 mL平底烧瓶中。再加入20 mL乙酸乙酯重复提取1次, 合并提取液。40 °C下减压旋转浓缩近干, 用甲醇溶解定容至2 mL, 过0.22 μm有机相滤膜, 待气相色谱-质谱测定。

6.3 空白试验

除不称取试样外, 均按6.2检测步骤进行。

6.4 测定

6.4.1 根据样液中丙环唑含量情况, 选定与样液浓度相近的标准工作溶液(4.6), 标准工作溶液和样液中丙环唑的响应值均应在仪器检测线性范围内。标准工作溶液和样液等体积参插进样测定。

6.4.2 样品中待测物质的保留时间与标准工作溶液中对应的保留时间的偏差在±2.5%以内, 且样品中被测物质的相对离子丰度与浓度相当的标准溶液的相对离子丰度允许偏差不得超过表1规定的范围。则可确定样品中存在对应的被测物。在上述气相色谱-质谱条件下, 丙环唑标准品的气相色谱-质谱总离子流图和质谱图参见附录A。

表1 使用定性气相色谱-质谱相对离子丰度最大允许偏差

相对丰度/%	≥50	20~50	10~20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

7 结果计算和表述

试样中丙环唑的残留量测定结果按下列公式计算：

$$X = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X —— 试样中丙环唑的残留量，单位为毫克每千克（mg / kg）；

A —— 样液中丙环唑及异构体的色谱峰面积之和；

c_s —— 标准工作液中丙环唑的浓度，单位为毫克每升（μ g/mL）；

V —— 样液最终定容体积，单位为毫升（mL）；

A_s —— 标准工作液中丙环唑及异构体的色谱峰面积之和；

m —— 最终样液所代表的试样的质量，单位（g）。

结果取两次测定结果的平均值，保留三位有效数字。

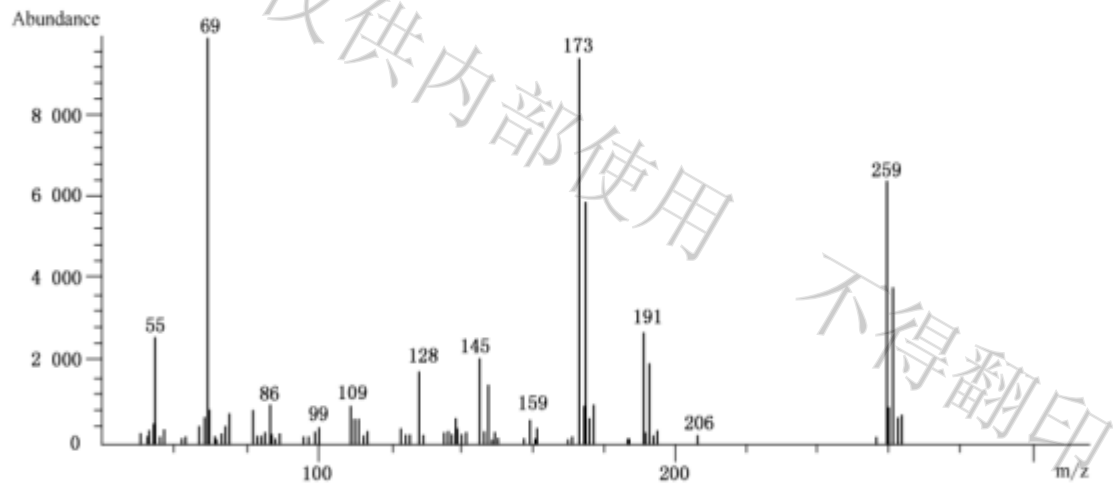
8 方法检出限

本标准方法中丙环唑气相色谱-质谱法检出限为0.005 mg/kg。

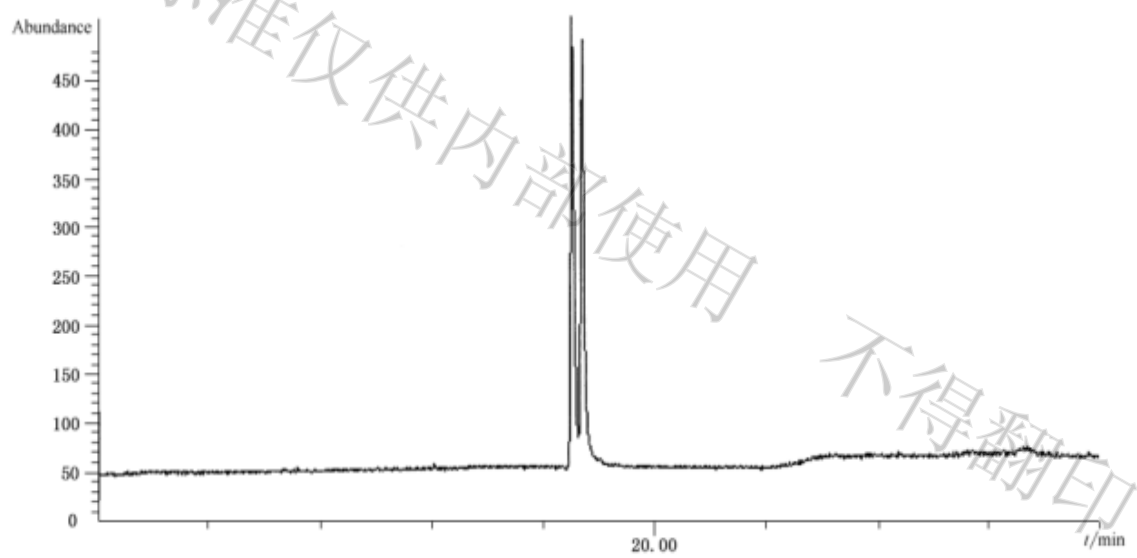
9 精密度

- 9.1 在重复性测定的条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过算术平均值的 6% 。
- 9.2 在再现性测定的条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过算术平均值的 8% 。

附 录 A
(资料性附录)
丙环唑标准品检测谱图



图A.1 丙环唑标准品质谱图



图A.2 丙环唑标准品总离子流色谱图