

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 32718—2024

代替 GB/T 32718—2016

## 棉花纤维中脱叶剂残留量的测定

Determination of defoliant residues in cotton fibers

2024-03-15 发布

2024-10-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布



# 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 32718—2016《棉花 噻苯隆残留量测定方法》，与 GB/T 32718—2016 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了范围，补充了噻节因、敌草隆、脱叶磷、乙烯利、环丙酸酰胺 5 种落叶剂残留量的测定（见第 1 章，2016 年版的第 1 章）；
- b) 增加了样品的取样要求（见 7.1）；
- c) 更改了样品的前处理方法（见 7.2，2016 年版的 7.1、7.2、7.3）；
- d) 删除了 HPLC/DAD 的分析方法（见 2016 年版的 7.4）；
- e) 增加了 HPLC-MS/MS 的分析方法（见 7.3、7.4）；
- f) 增加了脱叶剂物质的种类（见附录 A）；
- g) 增加了取样要求（见附录 B）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国纤维标准化技术委员会(SAC/TC 513)提出并归口。

本文件起草单位：中国纤维质量监测中心、上海质量监督检验技术研究院、四川省纤维检验局、北京亚分科技有限公司、苏州华浩纺织品有限公司、阿克苏地区检验检测中心纤维检验所、博州纤维检验所。

本文件主要起草人：周硕、赵海浪、王蕾、庞宁、王晓辉、郑佳辉、李伟、孙近、晏新程、姜进平、王杰、李爱华、王会平、任猛。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2016 年首次发布为 GB/T 32718—2016；
- 本次为第一次修订。



# 棉花纤维中脱叶剂残留量的测定

警示——使用本文件的人员应有化学实验室工作经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件描述了采用高效液相色谱-串联质谱仪(HPLC-MS/MS)测定棉花纤维中噻苯隆、噻节因、敌草隆、脱叶磷、乙烯利、环丙酸酰胺等脱叶剂残留量的试验方法。  
本文件适用于棉花纤维中脱叶剂残留量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**脱叶剂 defoliant**

采棉前喷洒使棉花叶片脱落的药剂。

注：包括噻苯隆、噻节因、敌草隆、脱叶磷、乙烯利、环丙酸酰胺等。

## 4 原理

采用乙腈和水的混合溶剂超声萃取试样中的脱叶剂,提取液经滤膜过滤后,使用 HPLC-MS/MS 进行测定,外标法定量。

## 5 试剂

除非另有说明,在分析中所用试剂均为分析纯和 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 乙腈,色谱纯。

5.2 乙腈-水混合溶液:体积比 1 : 1 配制。

5.3 氨水:0.1%。

5.4 甲酸:0.1%。

5.5 脱叶剂标准溶液的制备。

5.5.1 单组分标准储备溶液:

6 种脱叶剂的纯度≥95%,符合附录 A 的规定。

用乙腈(5.1)配制有效浓度为 500 mg/L 的噻苯隆、噻节因、敌草隆、环丙酸酰胺、脱叶磷的单组分标准储备溶液,有效期为一年。

用乙腈-水混合溶液(5.2)配制有效浓度为 200 mg/L 的乙烯利的单组分标准储备溶液,有效期为一个月。

5.5.2 A 组标准混合工作溶液:

从乙烯利、环丙酸酰胺、噻节因的单组分标准储备溶液中各移取 500  $\mu$ L 置于同一容量瓶中,用乙腈-水混合溶液(5.2)定容至 10 mL,配得质量浓度为 0.5 mg/L 的 A 组混合工作溶液。也可配制其他合适浓度的混合标准工作溶液。A 组标准混合工作溶液用于 HPLC-MS/MS 负离子扫描模式分析。

注:此溶液保存在棕色瓶中,置于 0  $^{\circ}$ C~4  $^{\circ}$ C 的冰箱中,现配现用。

5.5.3 B 组标准混合工作溶液:

从噻苯隆、敌草隆、脱叶磷的单组分标准储备溶液中各移取 500  $\mu$ L 置于同一容量瓶中,用乙腈-水混合溶液(5.2)定容至 10 mL,配得质量浓度为 0.5 mg/L 的 B 组混合工作溶液。也可配制其他合适浓度的混合标准工作溶液。B 组混合工作溶液用于 HPLC-MS/MS 正离子扫描模式分析。

注:此溶液保存在棕色瓶中,置于 0  $^{\circ}$ C~4  $^{\circ}$ C 的冰箱中,现配现用。

6 设备和仪器

6.1 高效液相色谱-串联质谱仪(HPLC-MS/MS):带电喷雾离子源(ESI)。

6.2 超声波水浴发生器:工作频率(40 $\pm$ 5)kHz,水浴温度可控制在(30 $\pm$ 3) $^{\circ}$ C。

6.3 天平:分度值为 0.01 g。

6.4 玻璃容器:40 mL~80 mL,由硬质玻璃制成,配密封盖。

6.5 微孔有机相滤膜:孔径为 0.22  $\mu$ m。

7 分析步骤

7.1 取样

将充分混合后的实验室样品平铺在工作台上,实验室样品按照附录 B 的取样要求进行多点取样。

7.2 试样萃取

取(0.50 $\pm$ 0.1)g 试样,精确至 0.01 g,置于玻璃容器(6.4)中,加入 20 mL 乙腈-水混合溶液(5.2),盖紧密封盖,振摇玻璃容器(6.4),使试样充分润湿。将试样置于(30 $\pm$ 3) $^{\circ}$ C 超声波水浴发生器(6.2)中超声萃取(30 $\pm$ 1)min,取出玻璃容器(6.4)冷却至室温,取部分萃取液经微孔有机相滤膜(6.5)过滤,滤液作为测试液,待上机分析。

7.3 HPLC-MS/MS 分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的。

- a) 色谱柱:C<sub>18</sub>(2.1 mm $\times$ 100 mm,3.5  $\mu$ m)或相当者;
- b) 流速:0.3 mL/min;
- c) 柱温:30  $^{\circ}$ C;
- d) 进样量:5  $\mu$ L;
- e) 负离子模式流动相:流动相 A 为 0.1%氨水溶液(5.3),流动相 B 为乙腈(5.1);
- f) 正离子模式流动相:流动相 A 为 0.1%甲酸溶液(5.4),流动相 B 为乙腈(5.1);

g) 梯度洗脱条件按表 1 的要求；

表 1 梯度洗脱条件

时间 min	流动相 A %	流动相 B %
0.0	95	5
2.0	95	5
5.0	5	95
8.0	5	95
8.1	95	5
10.0	95	5

- h) 离子源：电喷雾离子源；
- i) 扫描方式：多反应监测(MRM)；
- j) 干燥气：氮气；
- k) 雾化器压力：275.8 kPa；
- l) 干燥气温度：340 ℃；
- m) 干燥气流速：8 L/min；
- n) 扫描极性：乙烯利、环丙酸酰胺、噻节因采用负离子扫描模式，噻苯隆、敌草隆、脱叶磷采用正离子模式扫描；
- o) 多反应监测分析条件按表 2 的要求。

表 2 多反应监测分析条件

化合物	母离子 <i>m/z</i>	子离子 <i>m/z</i>	传输电压 V	碰撞能量 eV	驻留时间 ms
乙烯利	143	107 <sup>a</sup>	50	4	80
		79	50	16	80
环丙酸酰胺	272	160 <sup>a</sup>	80	20	80
		228	80	8	80
噻节因	209	161 <sup>a</sup>	66	4	80
		91	66	8	80
噻苯隆	221	102 <sup>a</sup>	94	12	80
		51	94	24	80
敌草隆	233	72 <sup>a</sup>	104	24	80
		46	104	16	80
脱叶磷	315	57 <sup>a</sup>	140	24	80
		169	140	12	80
<sup>a</sup> 定量离子。					

7.4 定性定量分析

分别取测试液(7.2)和混合标准工作溶液(5.5.2、5.5.3),参照 HPLC-MS/MS 分析条件进行分析,比较测试液(7.2)和混合标准工作溶液(5.5.2、5.5.3)质量色谱峰的保留时间。如果测试液中目标分析物色谱峰保留时间与标准物质的保留时间相对偏差在±2.5%范围内,且各定性离子的相对丰度与标准物质一致,相对偏差不超过表 3 规定范围,则可判断检出目标分析物。

在 7.3 给出的 HPLC-MS/MS 分析条件下,每种脱叶剂的多反应监测选择离子流色谱图见附录 C。

表 3 定性验证时相对离子丰度的相对偏差允许范围

%

相对离子丰度	>50	>20~50	>10~20	≤10
相对偏差允许范围	±20	±25	±30	±50

以混合标准工作溶液(5.5.2、5.5.3)目标分析物的响应峰面积为纵坐标,以目标分析物的浓度为横坐标,绘制标准工作曲线,按照外标法进行定量计算。混合标准工作溶液(5.5.2、5.5.3)和测试液(7.2)中目标分析物的响应值均应在仪器线性响应范围内,如果含量超过标准曲线范围,用乙腈-水混合溶液稀释至合适浓度后测定。

7.5 空白试验

在不加试样的情况下,均按步骤 7.2~7.4 进行操作。

8 结果计算和表示

按照公式(1)计算试样中每种脱叶剂的含量。

$$X_i = \frac{(C_i - C_0) \times V \times f}{m}$$
.....( 1 )

式中:

- $X_i$  ——试样中每种脱叶剂的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $C_i$  ——标准工作曲线上读取的测试液中每种脱叶剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $C_0$  ——标准工作曲线上读取的空白溶液中每种脱叶剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$  ——测试液的萃取体积,单位为毫升(mL);
- $f$  ——稀释因子;
- $m$  ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后一位。

9 定量限和精密度

9.1 定量限

乙烯利、噻节因、脱叶磷的定量限为 1.0 mg/kg,环丙酸酰胺、噻苯隆、敌草隆的定量限为 0.5 mg/kg。

9.2 精密度

在 95%的置信水平下,在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试,获得的两次测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的



算术平均值的 10%。

10 试验报告

试验报告至少应给出下述内容：

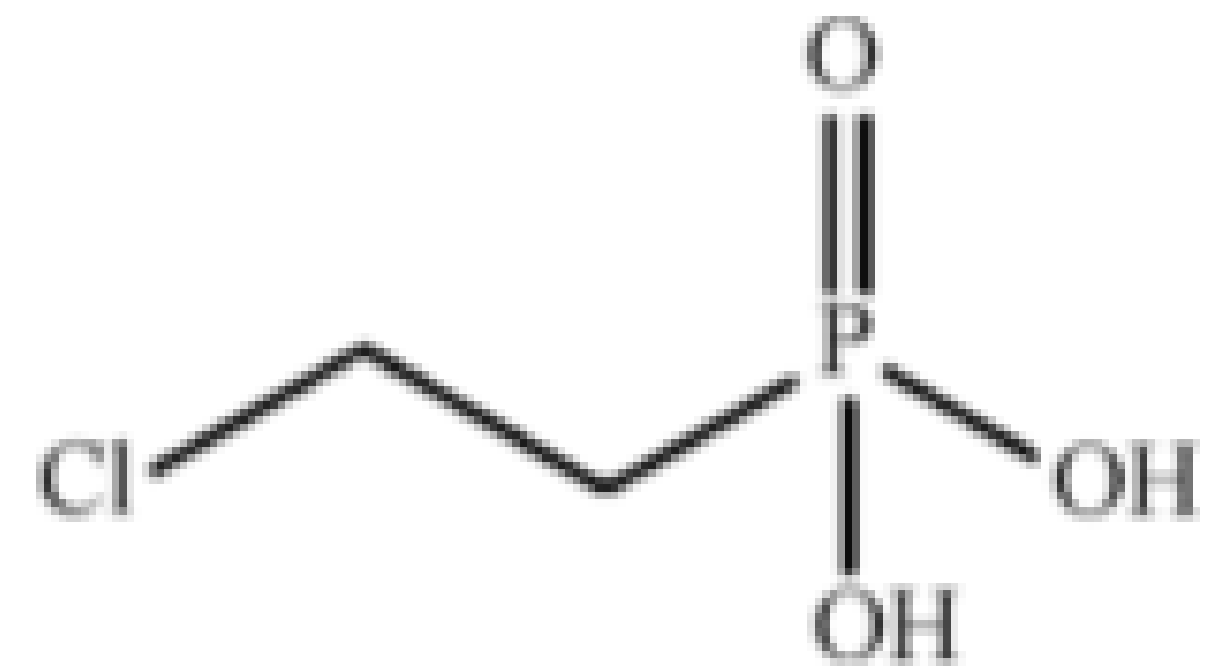
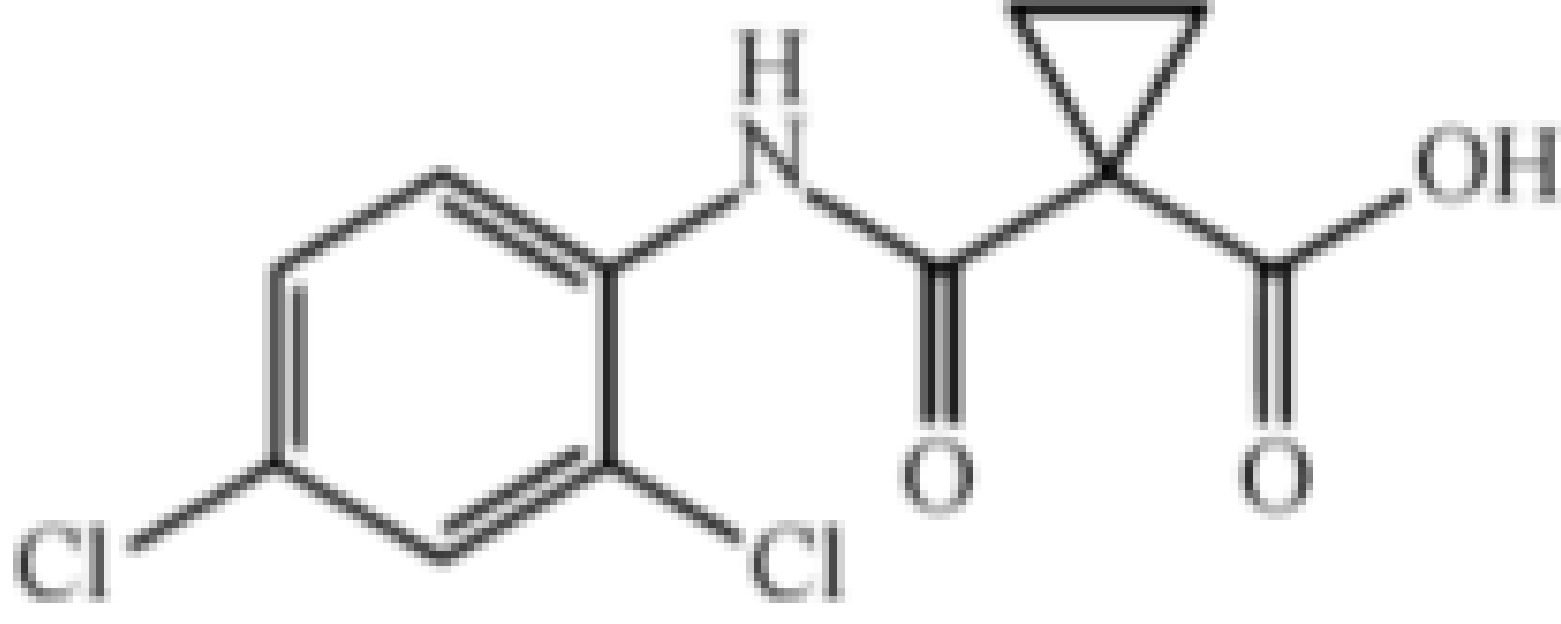
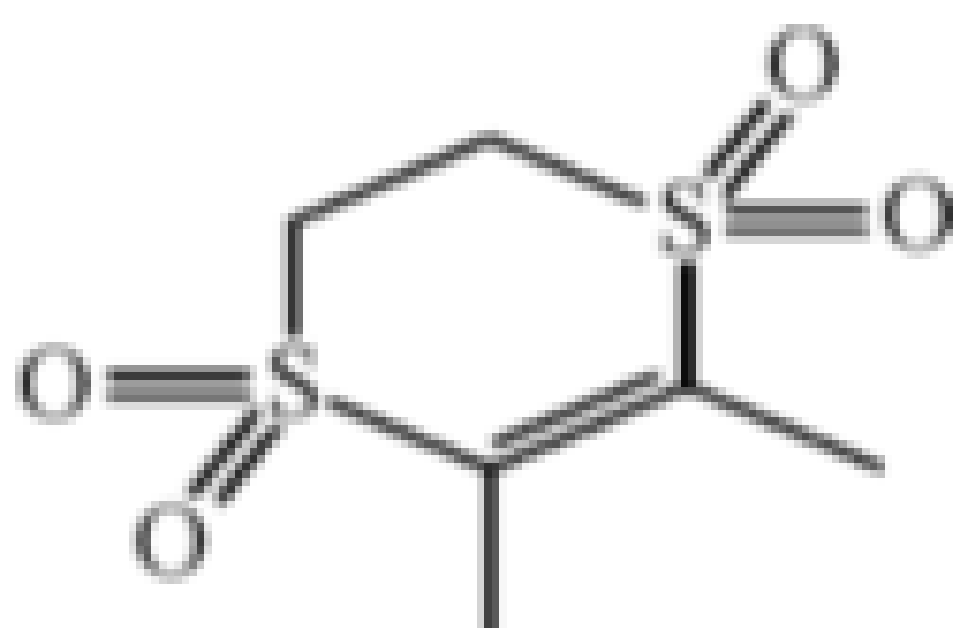
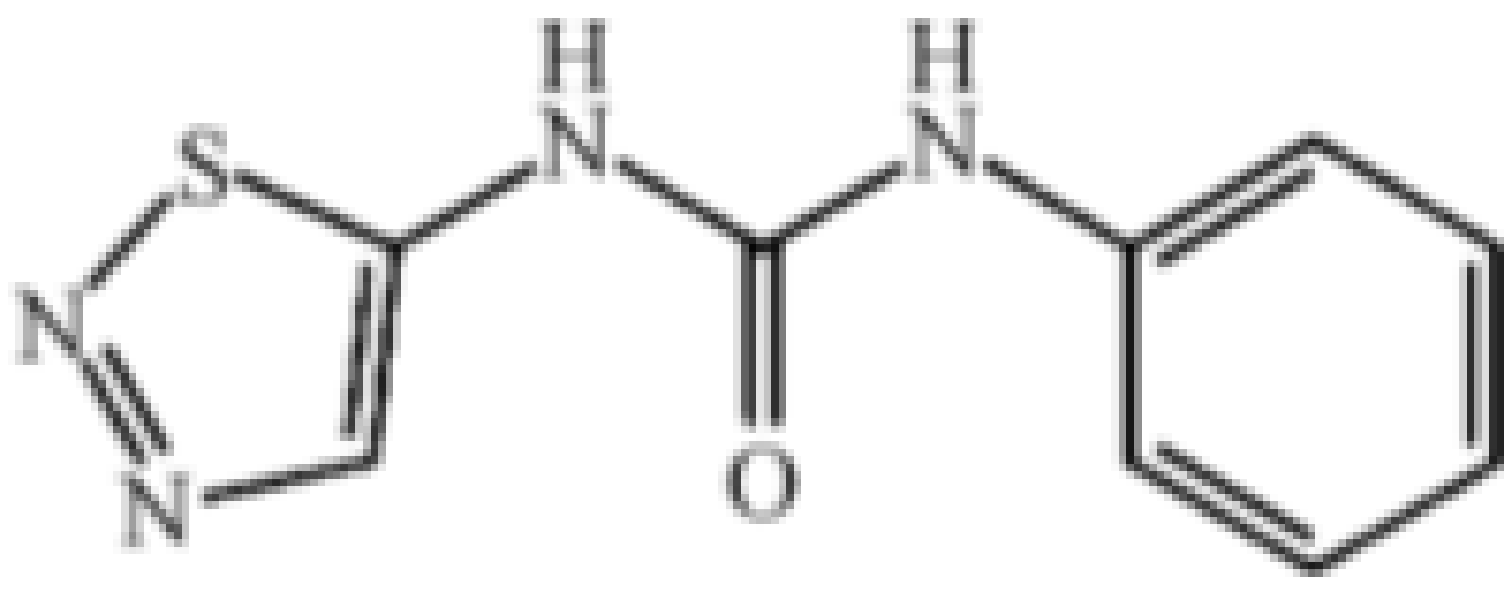
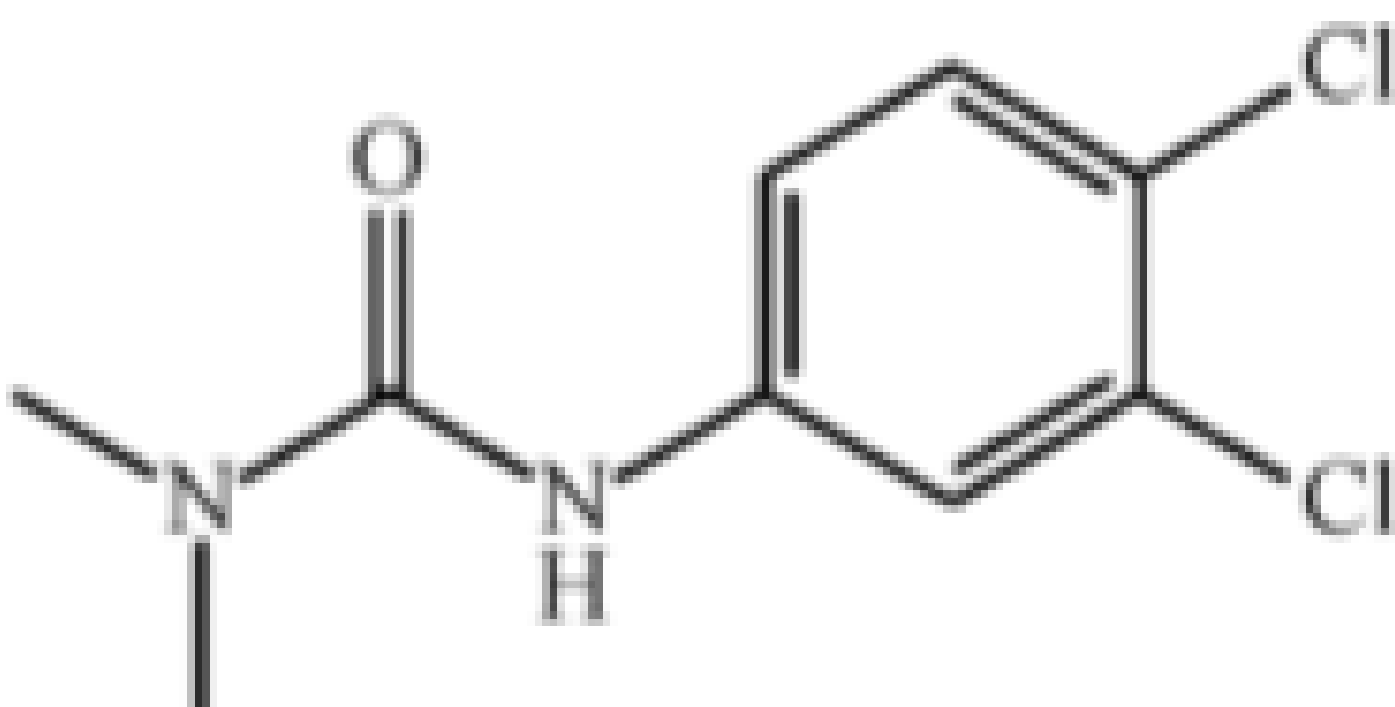
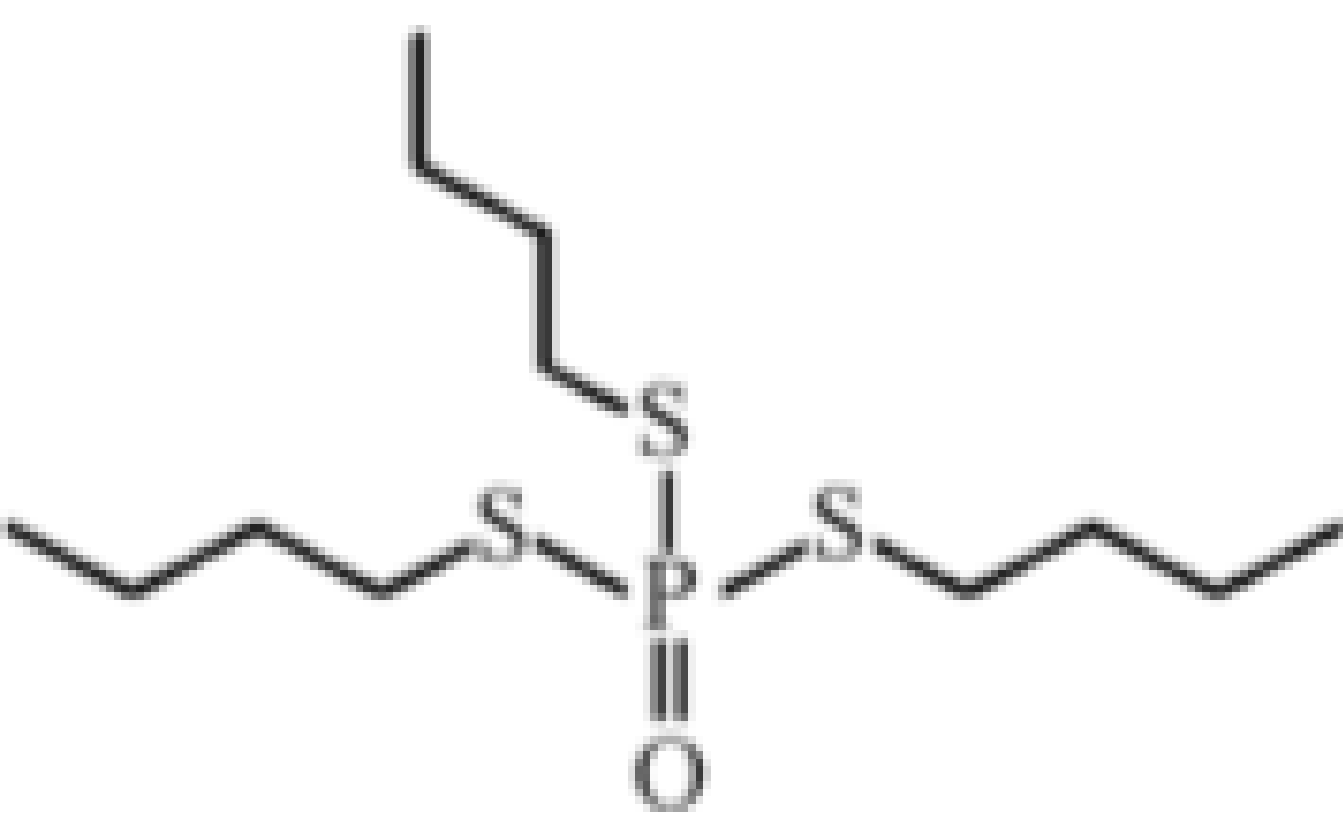
- a) 样品来源及描述；
- b) 本文件编号；
- c) 每种脱叶剂的测试结果；
- d) 任何偏离本文件的细节；
- e) 试验日期。

附 录 A  
(规范性)

6 种脱叶剂标准物质的化学信息

6 种脱叶剂标准物质的化学信息如表 A.1 所示。

表 A.1 6 种脱叶剂标准物质的化学信息表

序号	中文名称	英文名称	化学文摘编号(CAS 号)	分子结构式
1	乙烯利	Ethephon	16672-87-0	
2	环丙酸酰胺	Cyclanilide	113136-77-9	
3	噻节因	Dimethipin	55290-64-7	
4	噻苯隆	Thidiazuron	51707-55-2	
5	敌草隆	Diuron	330-54-1	
6	脱叶磷	Tribufos	78-48-8	

附 录 B  
(规范性)  
取样方法

B.1 取样方法按图 B.1,将棉花样品平铺在桌面上,在各取样处随机抽取约 10 g 样品,将每点取样样品分别混合均匀。

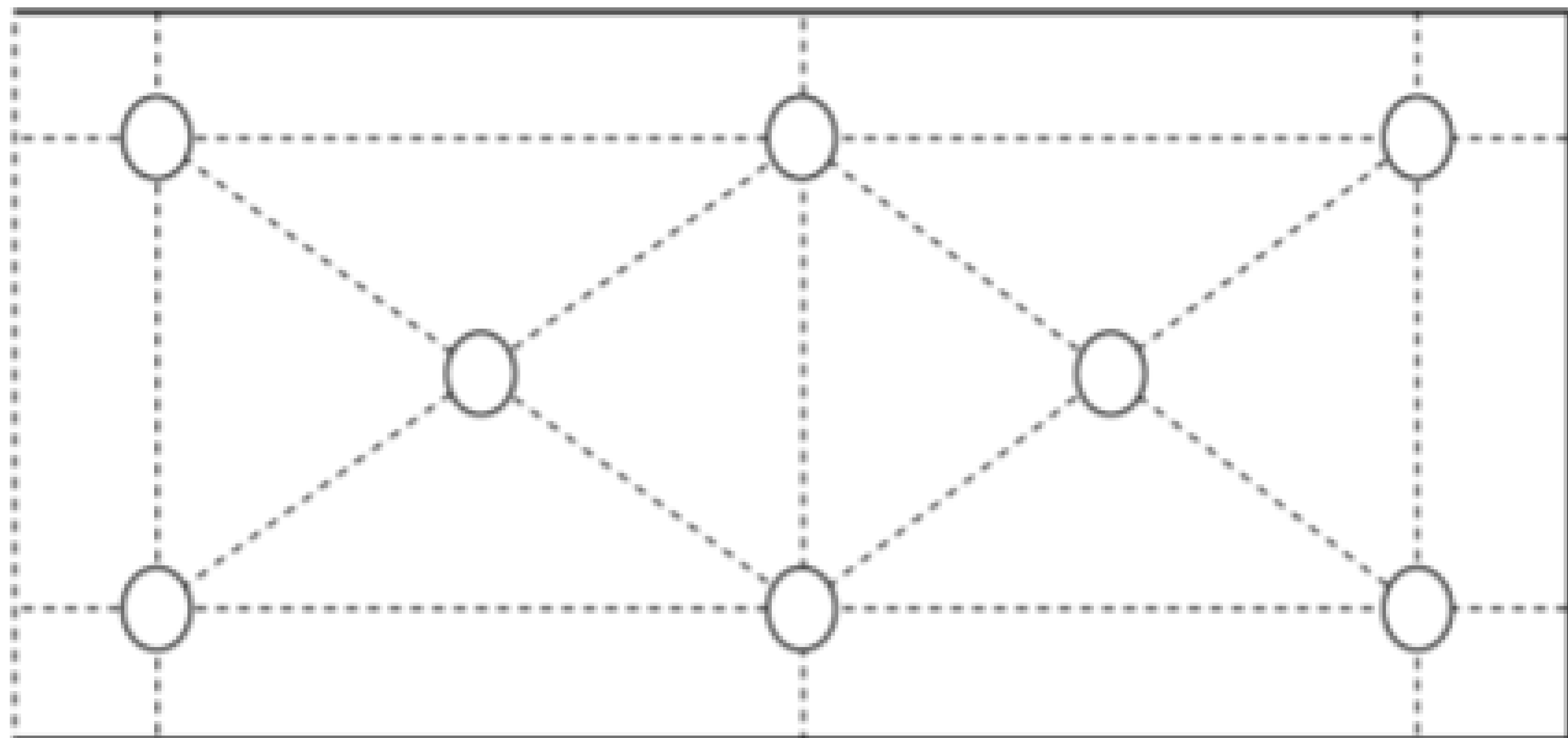


图 B.1

B.2 按图 B.2 所示,将每点取样样品中的第 1 个样品与第 2 个样品合并混合,分成两半,丢弃一半,保留一半;第 3 个样品与第 4 个样品合并混合,同样分成两半,丢弃一半,保留一半……第 7 个样品与第 8 个样品合并混合,再分成两半,丢弃一半,保留一半。组成第二组的 4 个混合样品(见图 B.2 中 9、10、11、12)。

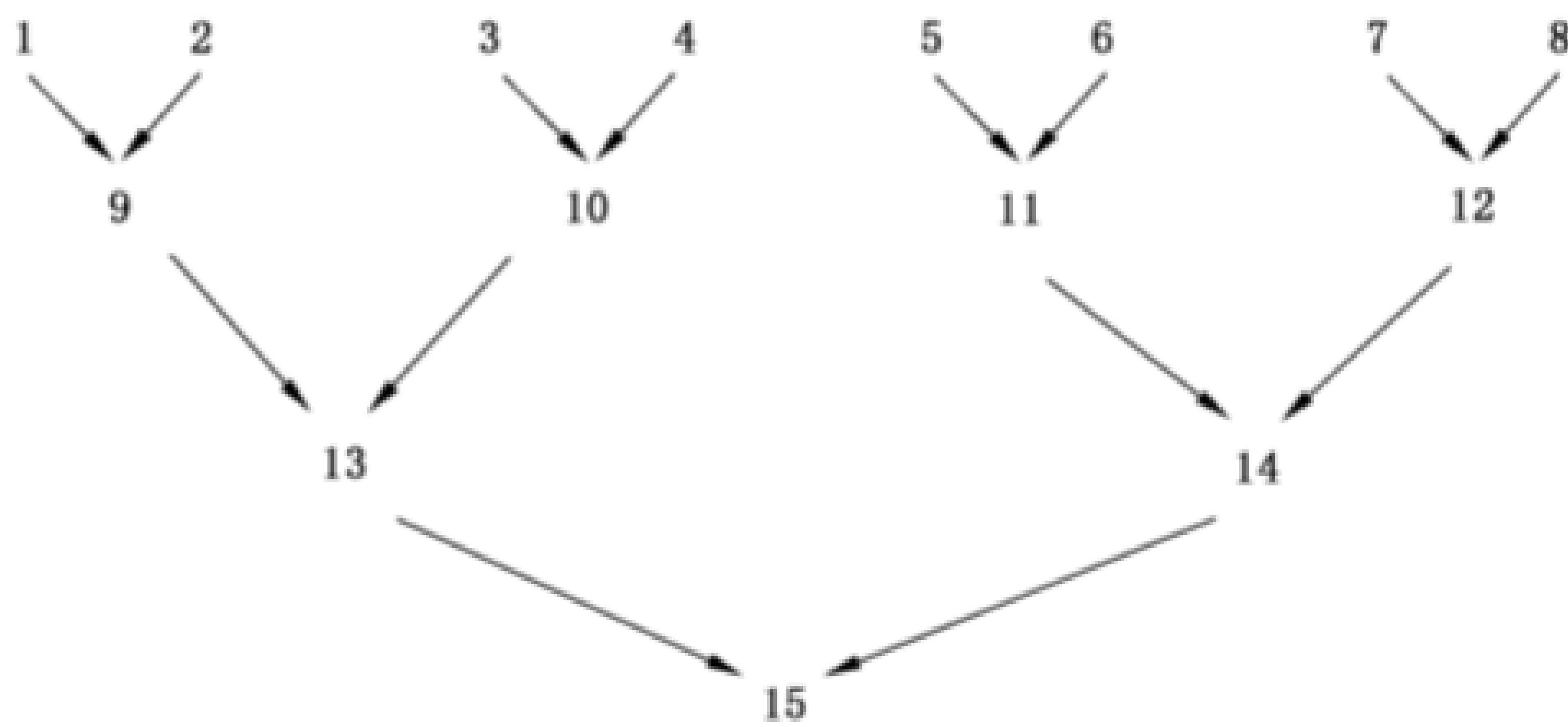


图 B.2

B.3 将 B.2 混和样品中 9 和 10 两个样品合并混合,分成两半,丢弃一半,保留一半;11 与 12 两个样品合并混合同样操作。组成第三组的两个混合样品(见图 B.2 中 13、14)。

B.4 将第三组的混和样品按上述方法同样操作,最后得到一个约 10 g 的实验室样品,再将该样品中取测试样品,每份 0.50 g,作为试验样品使用。

附 录 C  
(资料性)

6 种脱叶剂的多反应监测(MRM)离子色谱图

6 种脱叶剂的多反应监测(MRM)离子色谱图见图 C.1~图 C.6。

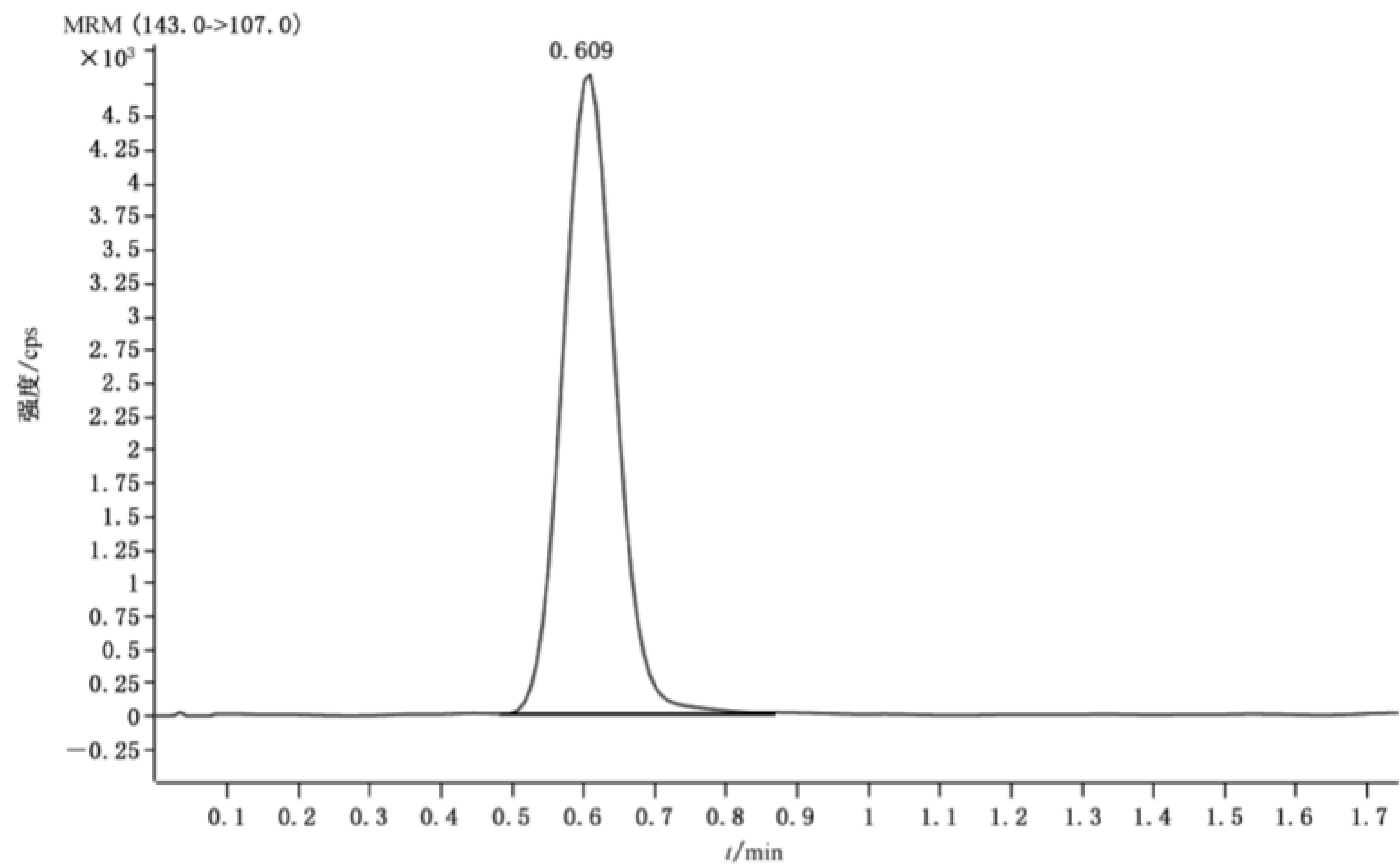


图 C.1 乙烯利多反应监测(MRM)离子色谱图

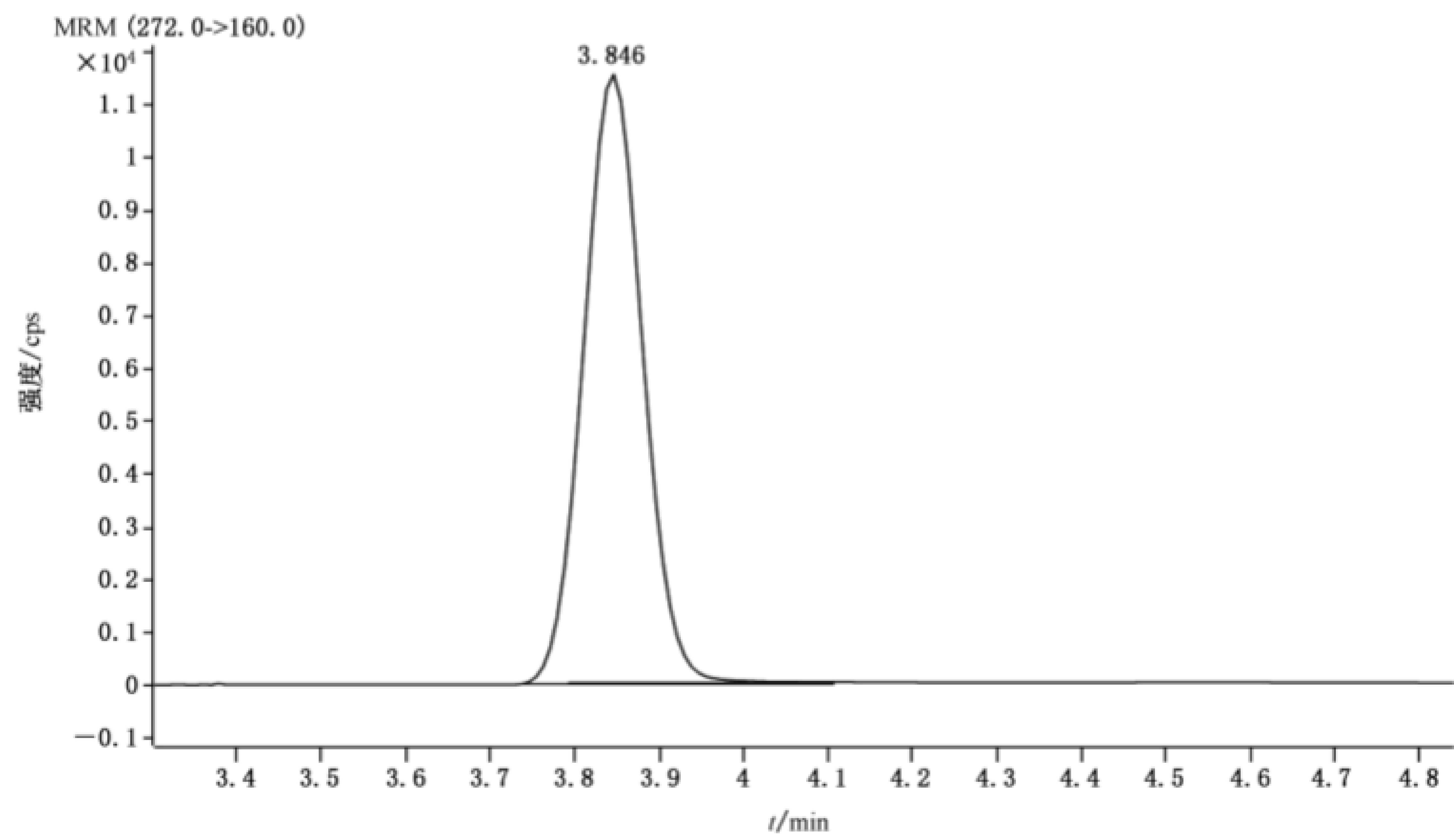


图 C.2 环丙酸酰胺多反应监测(MRM)离子色谱图

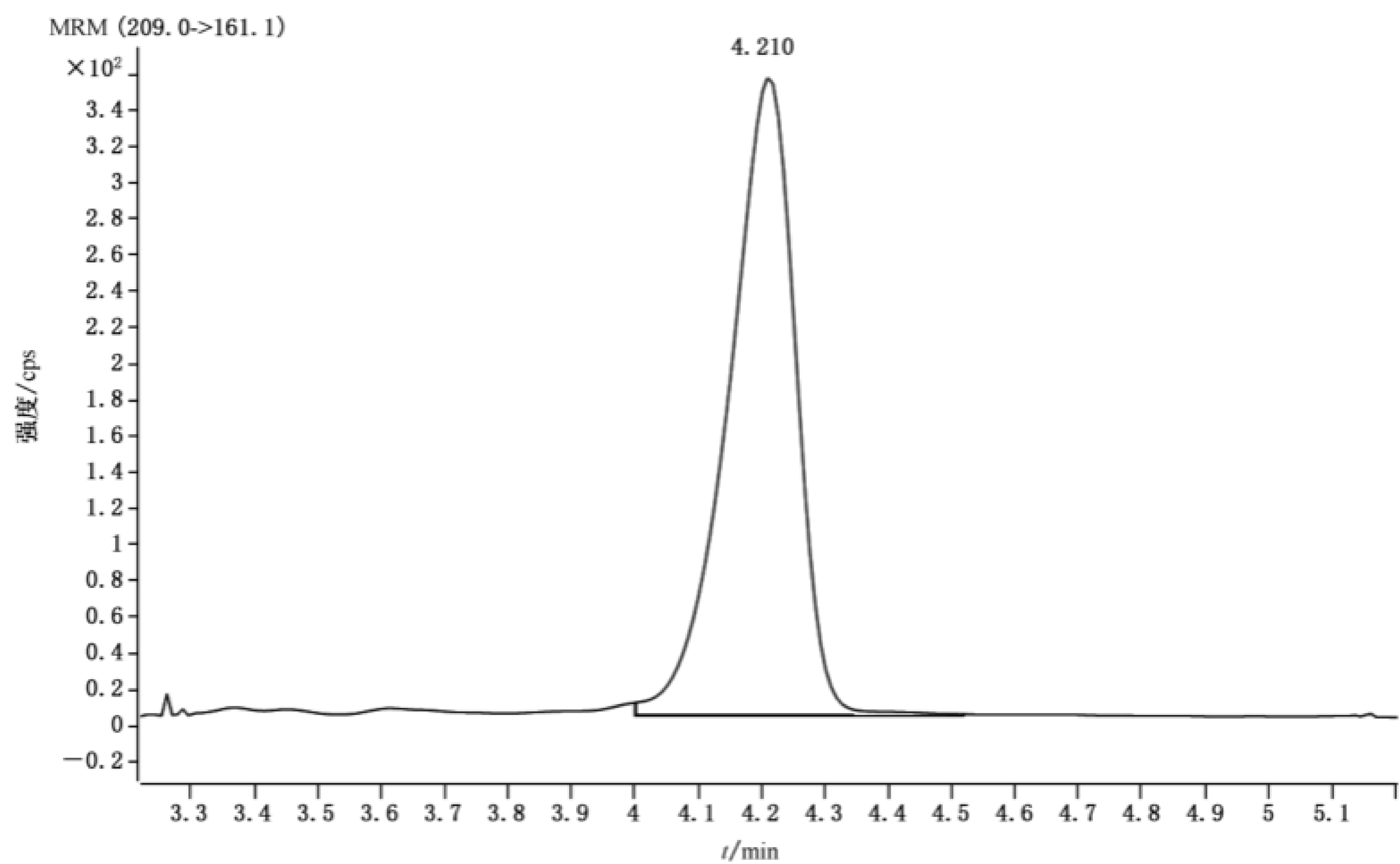


图 C.3 噻节因多反应监测(MRM)离子色谱图

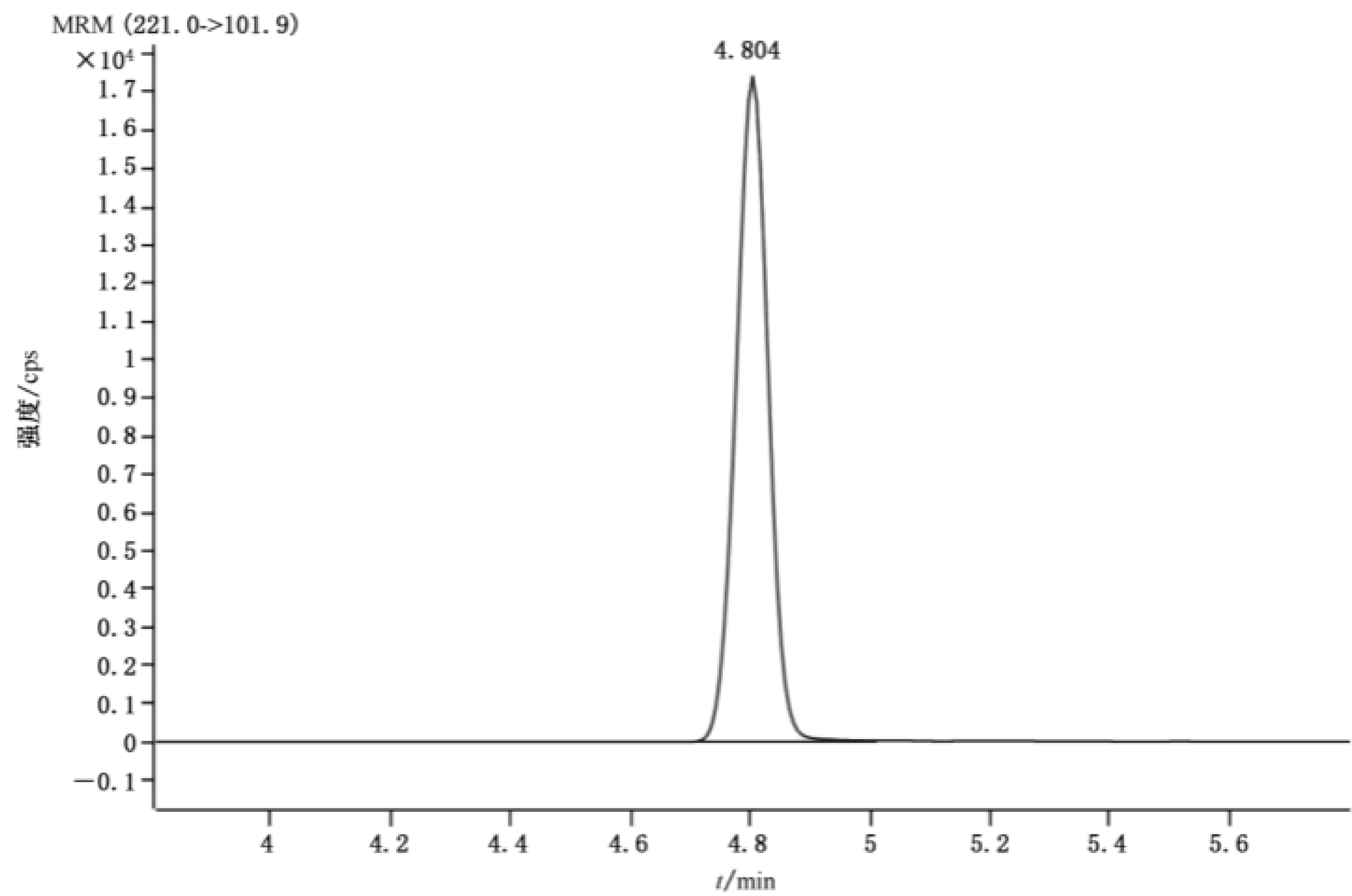


图 C.4 噻苯隆多反应监测(MRM)离子色谱图

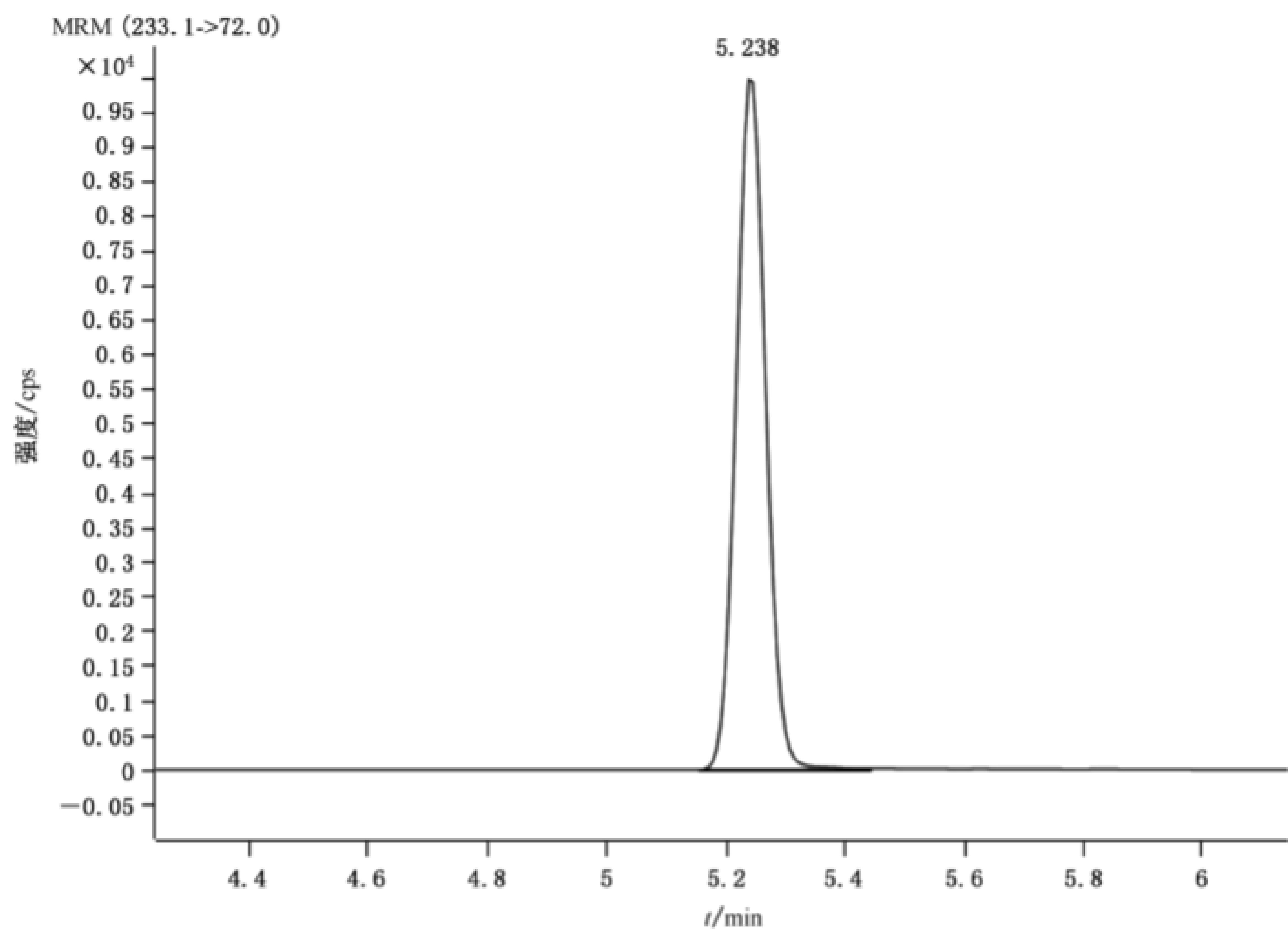


图 C.5 敌草隆多反应监测(MRM)离子色谱图

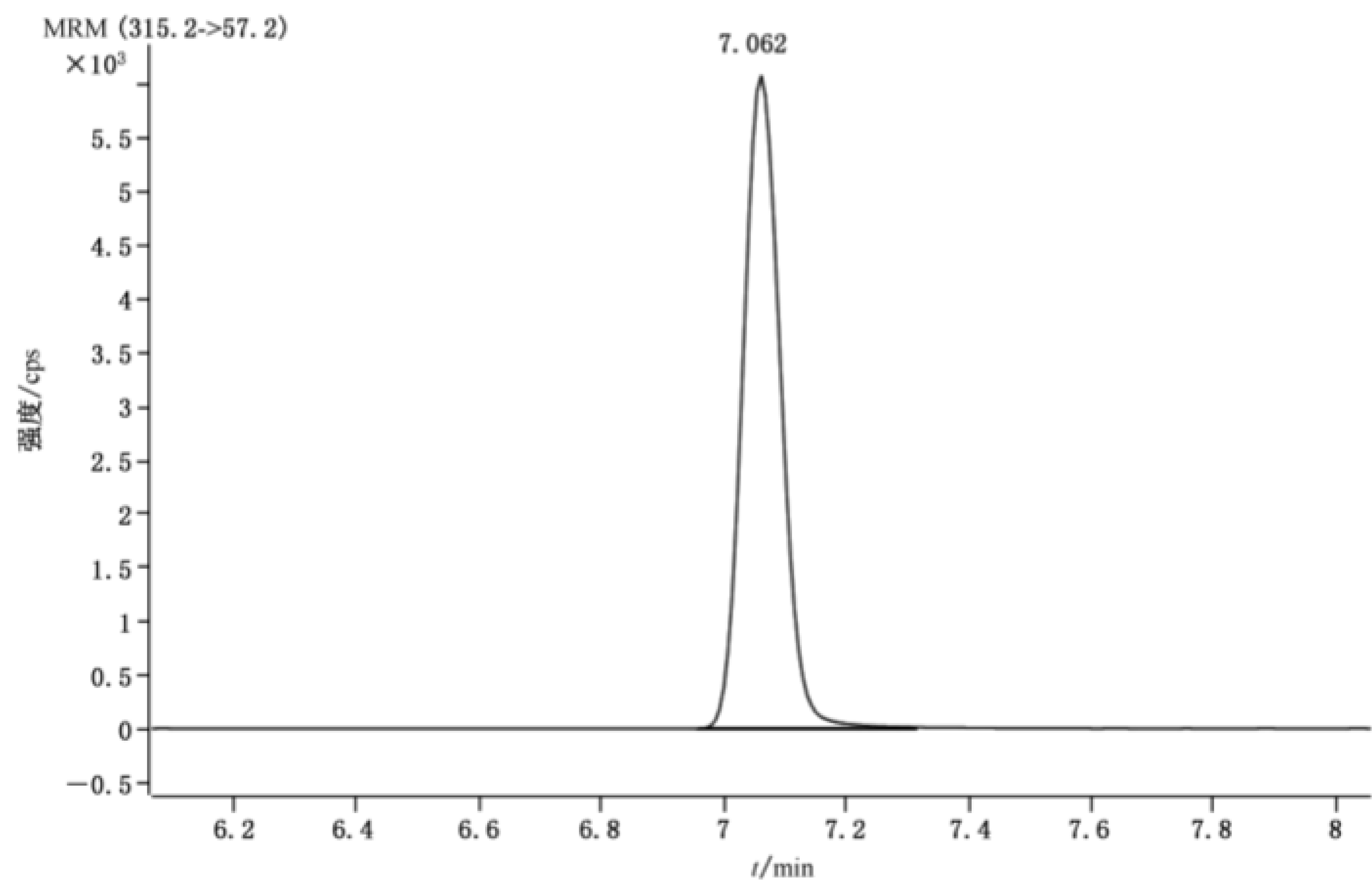


图 C.6 脱叶磷多反应监测(MRM)离子色谱图

