

粮谷及油籽中酰胺类除草剂残留量的测定 GB23200.1-2016

1、适用范围

适用于大米、大豆中酰胺类除草剂残留量的定量的测定（该实验选用大米为基质）

参考标准：《GB 23200.1-2016 食品安全国家标准 除草剂残留检测方法 第1部分 气相色谱-质谱法测定粮谷及油籽中酰胺类除草剂残留量》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：分别称取毒草胺、莠去津、乙草胺、甲草胺、异丙甲草胺、敌稗、丁草胺、敌草胺、丙草胺、嗪草酮 1mg，用丙酮溶解并定容至 10mL，溶度为 100 $\mu\text{g/mL}$
- 2) 标准工作液：准确吸取标准贮备液 1mL，用丙酮定容至 10mL，溶度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 3) 提取剂 I：乙腈加入少量正己烷饱和，摇匀
- 4) 提取剂 II：正己烷加入少量乙腈饱和，摇匀
- 5) 10%氯化钠溶液：将 100g 氯化钠溶于水中，并稀释至 1000 mL。
- 6) 正己烷-乙醚（85+15）：取 85 mL 正己烷和 15 mL 乙醚，混匀
- 7) 正己烷-丙酮（1+1）：取 100 mL 正己烷和 100mL 丙酮，混匀

3、提取步骤

取已匀浆好的试样 10g 于 50mL 具塞离心管中，加入 10mL 水和 20mL 丙酮，摇匀后超声提取 10min，4000r/min 离心 4min，提取上清液至 150mL 浓缩瓶中，残渣中加入 30mL \times 2 丙酮重复提取两次，合并上清液，于 25 $^{\circ}\text{C}$ 浓缩除去丙酮，依次用 10 mL 10%氯化钠溶液和 15 mL 正己烷洗涤浓缩瓶，洗涤液一并移入 50mL 具塞离心管中，加入 10 mL 提取剂 II，摇匀，4000r/min 离

心 2min，吸取上层正己烷至另一 50mL 具塞离心管中，水相中加入 10 mL \times 2 提取剂 II 重复操

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

作两次，合并正己烷层，加入 10 mL 提取剂 I 摇匀，4000r/min 离心 2min，吸取下层乙腈至 50mL 浓缩瓶中，正己烷相中加入 10 mL×2 提取剂 I 重复操作两次，合并乙腈层，40℃旋蒸至干，用 1 mL 正己烷溶解，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Florisil PR 规格： 125mg/3mL

活化： 依次用 5mL 正己烷-乙醚和 5 mL 正己烷活化

上样： 全部上样

洗脱： 依次用 4mL 正己烷-丙酮和 10mL 正己烷-乙醚洗脱，于 40℃氮吹至近干

复溶： 用正己烷定容至 1mL

5、注意事项

- 1) 加标水平：10g 样中加入 100 μ L 10 μ g/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.1mg /kg，最终机度数为 1mg/L。
- 2) 原国标方法步奏较为繁琐，本实验简化了步奏，原洗脱液为 15mL 正己烷-乙醚洗脱，有部分目标物洗脱不完全，改加入 4mL 正己烷-丙酮至 10mL 正己烷-乙醚洗脱。

6、色谱条件

6.1 气相条件

色谱柱	WM-1701,30m×0.32mm×0.25 μ m
进样口温度	270℃
升温程序	初始温度为 70℃，保持 1min；15℃/min, 升温至 160℃，保持 1min；2℃/min,

声明:除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编：321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

	升温至 200℃，保持 2min；20℃/min，升温至 260℃，保持 5min
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	1μL

6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
电离能量	70eV
传输线温度	280℃
离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃
监测方式	选择离子扫描（SIM）
溶剂延迟	10min

7、色谱图或者加标回收率结果

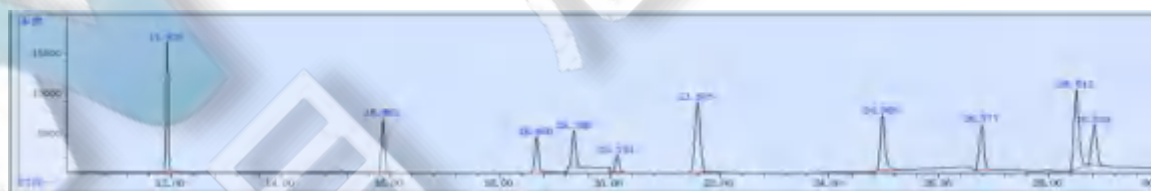


图 1. 对照品 1 mg/L 图谱

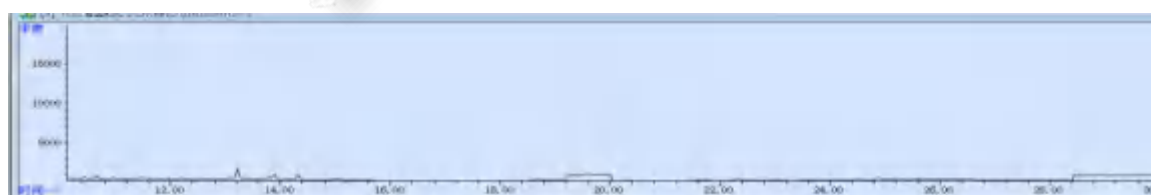


图 2. 大米样品空白 图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

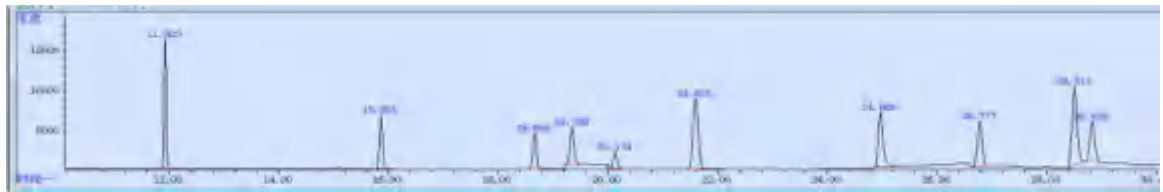


图 3. 大米样加标 0.1mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
毒草胺	0.1	114	1.75
莠去津		124	0.87
乙草胺		118	8.16
甲草胺		115	7.65
嗪草酮		110	4.84
异丙甲草胺		117	5.02
敌稗		116	3.42
丁草胺		111	9.07
敌草胺		124	6.12
丙草胺		100	3.83

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20135	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR, 125mg/3mL, 50pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50ml, 50/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
	毒草胺	CAS No. 1918-16-7

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

00826-A038P250	莠去津(阿特拉津)标准品	CAS No. :1912-24-9, 250mg
00826-A010P050	乙草胺标准品	CAS No. :34256-82-1, 50mg
00826-A017P250	甲草胺标准品	CAS No. :15972-60-8, 250mg
	嗪草酮	CAS No. 21087-64-9
00826-M050P100	异丙甲草胺/屠锈胺标准品	CAS No. :51218-45-2, 100mg
00826-P074P250	敌稗标准品	CAS No. :709-98-8, 250mg
	丁草胺	CAS No. 23184-66-9
	敌草胺	CAS No. 15299-9-7
00826-P066P250	丙草胺标准品	CAS No. :51218-49-6, 250mg

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com