

土壤和沉积物 5 种酰胺类农药的测定 HJ 1053-2019

1、 适用范围

适用于土壤和沉积物 5 种酰胺类农药的测定。（本实验样品为土壤）

参考标准《HJ 1053-2019 土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》

2、 溶液的配制

- 1) 标准贮备液：分别精密称取甲草胺、敌稗、异丙甲草胺、丁草胺、丙草胺标准品 1mg，于 10mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 0.1mg/mL 的标准贮备液，于 4°C 保存。
- 2) 混合标准工作液：分别准确移取 5 种标准贮备液 1mL，用甲醇稀释至 10mL，配置成 10 μ g/mL 的混合标准工作液，于 4°C 保存。
- 3) 正己烷-丙酮(1-1)：将 100mL 正己烷与 100mL 丙酮，混匀备用。

3、 提取步骤

样品前处理：将样品置于玻璃皿中，除去叶片、石子等异物，50°C 烘箱干燥 24h，干燥脱水。

称取 10g 样品于 50mL 离心管中，加入 20mL 正己烷-丙酮(1-1)，涡旋，超声 10min，离心 5min（5000r/min），移取上清液于鸡心瓶中；再用 20mL 正己烷-丙酮(1-1)提取一次，合并两次上清液，35°C 旋蒸至 1mL，待净化。。



4、净化步骤

SPE 柱: Welchrom® Alumina-N, 500mg/6mL

活化: 6mL 正己烷-丙酮 (1-1), 弃去

上样: 待净化液全部上样, 收集于 15mL 离心管中;

洗脱: 5mL 正己烷-丙酮 (1-1) 洗脱, 收集于 15mL 离心管中, 最后压干。

复溶: 40℃氮吹至近干, 再用正己烷定容至 1mL 复溶溶解, 待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平: 10g 样品中加入 0.01mL 10 μ g/mL 混合标准工作液, 定容至 1mL, 因此加标水平为 0.01mg/kg, 最终机度数为 0.1 μ g/mL。
- 2) 过柱时, 需要控制流速, 不要过快。
- 3) 旋蒸时注意爆沸情况, 慢慢将压力减小。
- 4) 若样品含有水, 可用无水硫酸钠除水。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25 μ m
进样口温度	270℃
升温程序	初始温度为 80℃, 保持 1min; 以 30℃/min 升温至 190℃, 以 5℃/min 升温至 220℃, 保持 3min, 以 20℃/min 升温至 280℃, 保持 2min。。



载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min
进样量	1 μ L

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 $^{\circ}$ C
离子源温度	250 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子监测
溶剂延迟	8min

7、色谱图或者加标回收率结果

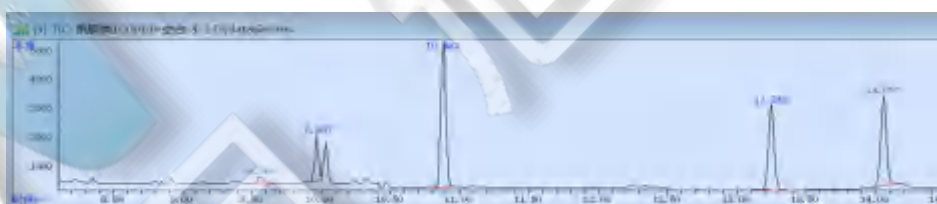


图 1. 5 种混标 0.1 μ g/mL 图谱

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
敌稗	9.56	M	0.038	5985	9.516	9.619
甲草胺	9.967	M	0.034	32521	9.916	10.001
异丙甲草胺	10.882	M	0.042	131165	10.816	10.944

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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com



丁草胺	13.248	M	0.048	85839	13.169	13.344
丙草胺	14.057	M	0.045	84777	13.962	14.148

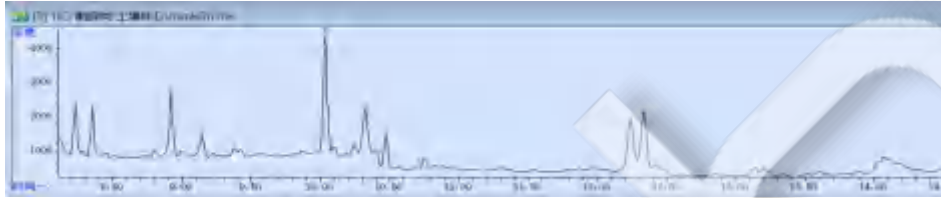


图 2.土壤样品空白图谱

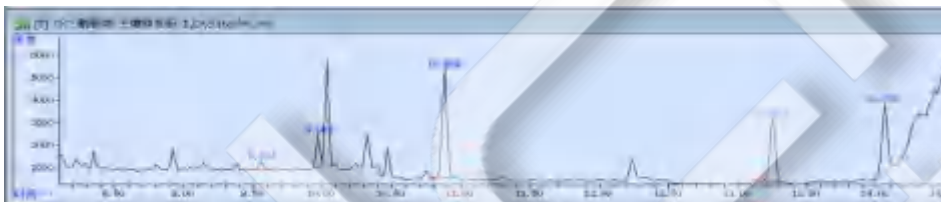


图 3.土壤样品加标 0.01mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
敌稗	0.01mg/kg	138%	4.35%
甲草胺		121%	2.34%
异丙甲草胺		93%	2.89%
丁草胺		103%	5.13%
丙草胺		99%	0.22%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00518-20006	SPE 固相萃取小柱	Welchrom® Alumina-N,500mg/6mL,30pk
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25μm
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
00837-05002	15mL 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, 15mL, 50/包
	敌稗	CAS 号: 709-98-8
	甲草胺	CAS 号: 15972-60-8
	异丙甲草胺	CAS 号: 51218-45-2
	丁草胺	CAS 号: 23184-66-9
	丙草胺	CAS 号: 51218-49-6



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园,紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com