

食品中芳氧苯氧丙酸酯类除草剂残留量

GB 23200.4-2016

1、适用范围

本标准规定了中大米、大豆、禽畜肉类中 2,4 滴丁酯、炔草酯、禾草灵、氰氟草酯、吡氟禾草灵、精喹禾灵残留量的气相色谱-质谱检测方法（本实验样品为大米）。

参考标准《GB 23200.4-2016 食品安全国家标准 除草剂残留量检测方法 第 4 部分：气相色谱-质谱/质谱法测定 食品中芳氧苯氧丙酸酯类除草剂残留量》

2、溶液的配制

- 1) 提取剂：加 10mL 冰醋酸到 990mL 的乙腈（事先用正己烷饱和过）中。
- 2) 2,4 滴丁酯、炔草酯、禾草灵、氰氟草酯、吡氟禾草灵、精喹禾灵标准储备溶液：准确称取 5.0mg 2,4 滴丁酯、炔草酯、禾草灵、氰氟草酯、吡氟禾草灵、精喹禾灵标准品，用丙酮定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 标准储备液，标准储备溶液避光于 0~4 $^{\circ}$ C 保存。
- 3) 2,4 滴丁酯、炔草酯、禾草灵、氰氟草酯、吡氟禾草灵、精喹禾灵标准工作溶液：准确移取 2,4 滴丁酯标准储备溶液 20 μ L，炔草酯、禾草灵、氰氟草酯、吡氟禾草灵、精喹禾灵标准储备溶液各 200 μ L 分别用丙酮定容至 10mL，得到 2,4 滴丁酯标准工作溶液 1 μ g/mL，炔草酯、禾草灵、氰氟草酯、吡氟禾草灵、精喹禾灵标准工作溶液 10 μ g/mL。
- 4) 混合标准工作液：准确移取 2,4 滴丁酯 1 μ g/mL 标准工作溶液 1mL，炔草酯、禾草灵、氰氟草酯、吡氟禾草灵、精喹禾灵 10 μ g/mL 标准工作溶液各 1mL，用丙酮定容至 10mL，得到混合标准工作液。



3、提取步骤

样品前处理：将样品经搅拌机搅碎，冷藏保存，备用。

准确称取 5g 试样（精确至 0.01g）于 50 mL 离心管中，加入 25mL 提取剂，涡旋混匀 1min，加入 Welchrom® QuEChERS 萃取盐包（货号：005PM-121-50），混匀，超声提取 20min，5000rpm 离心 3min，吸取提取液于 100mL 鸡心瓶中；往残渣中再次加入 25mL 提取液，涡旋混匀，重复上述步骤，合并提取液，40°C 下旋蒸至干，用 2mL 乙腈溶解残渣，待净化。

4、净化步骤

月旭 Welchrom® QuEChERS 萃取净化管（货号：005PM-122-50）。

在净化管中事先加入 1mL 甲苯，混匀，再加入待净化液，充分涡旋 1min，4000rpm 离心 3min，取上清液供气相色谱-质谱检测。

注意事项

- 1) 加标水平：5g 样品中加入 150 μ L 混合标准工作液，2,4 滴丁酯加标水平为 0.003mg/kg，最终机度数为 0.005 μ g/mL；炔草酯、禾草灵、氰氟草酯、吡氟禾草灵、精喹禾灵加标水平为 0.03mg/kg，最终机度数为 0.05 μ g/mL。
- 2) 实验基质对目标物有影响，所以用空白基质后加标做对照。

5、色谱条件

5.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m
-----	---



进样口温度	250°C
升温程序	50°C，保持 2min，以 30°C/min 升温至 180°C，再以 5°C/min 升温至 280°C保持 10min。
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	1μL

5.2 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°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	2,4 滴丁酯： 277.1/185.0 炔草酯： 130.0/238.0/266.0/349.0 禾草灵： 162.0/253.0/254.0/341.1 氰氟草酯:120.0/256.0/357.0 吡氟禾草灵/精喹禾灵:91.0/255.0/282.0/299.0/373.0
溶剂延迟	9min

6、色谱图或者加标回收率结果



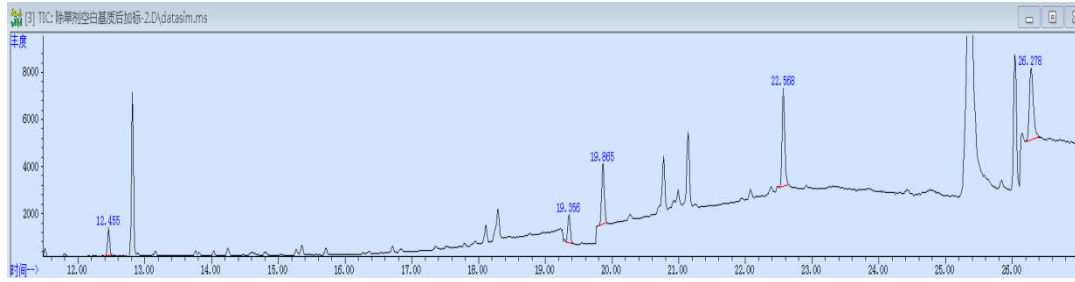


图 1. 芳氧苯氧丙酸酯类除草剂空白基质加标 2,4 滴丁酯 0.005 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 炔草酯、禾草灵、氟氟草酯、吡氟禾草灵、精喹禾灵 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 图谱

表 1、出峰情况

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
2,4 滴丁酯	12.455	M	0.034	24652	12.417	12.517
炔草酯	19.356	M	0.041	29051	19.312	19.406
禾草灵	19.865	M	0.044	71706	19.812	19.918
氟氟草酯	22.568	M	0.044	107862	22.517	22.625
吡氟禾草灵/ 精喹禾灵	26.278	M	0.066	124493	26.208	26.391

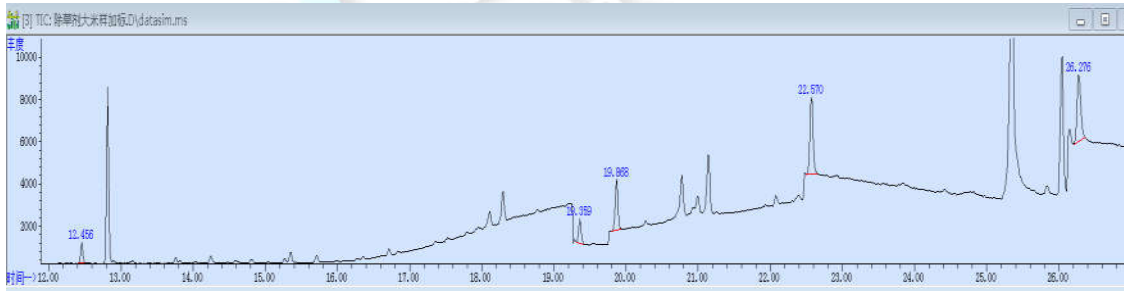


图 2. 大米样品加标 2,4 滴丁酯 0.003 mg/kg , 炔草酯、禾草灵、氟氟草酯、吡氟禾草灵、精喹禾灵 0.03 mg/kg 图谱

表 2、加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
2,4 滴丁酯	0.003 mg/kg	84.75%	1.31%



炔草酯	0.03mg/kg	102.23%	3.74%
禾草灵	0.03mg/kg	92.65%	3.40%
氰氟草酯	0.03mg/kg	95.98%	2.36%
吡氟禾草灵/ 精喹禾灵	0.03mg/kg	94.62%	1.85%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
005PM-121-50	盐包	Welchrom® QuEChERS 萃取盐包, 5g 无水硫酸镁, 2g 无水乙酸钠, 50 包/盒
005PM-122-50	净化管	Welchrom® QuEChERS 萃取净化管-15ml, 200mg PSA, 50mg GCB, 100mg C18E, 50 支/盒
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom® 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	Welchrom® 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	Welchrom® 离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 50mL, 50/包
00826-D310P100	2,4-滴丁酯/2,4-D-1-丁酯标准品	A2S, CAS No.:94-80-4,100mg
00826-C082P010	炔草酯标准品	A2S, CAS No.:105512-06-9,10mg
00826-D070P100	禾草灵标准品	A2S, CAS No.:51338-27-3,100mg
00826-C133P050	氰氟草酯标准品	A2S, CAS No.:122008-85-9,50mg
00826-Q009P050	精喹禾灵-P-乙基标准品	A2S, CAS No.:100646-51-3,50mg



