

粮谷和大豆中 10 种除草剂残留量的测定 GB23200.24-2016

1、适用范围

适用于大米、玉米、小麦和大豆中乙草胺、甲草胺、异丙甲草胺、二甲戊灵、丁草胺、氟酰胺、丙草胺、灭锈胺、吡氟酰草胺和苯噻酰草胺残留量的测定和确证。（本实验采用大豆和大米为样品）

参考标准：《GB23200.24-2016 食品安全国家标准粮谷和大豆中 11 种除草剂残留量的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准使用液：配置标准品：乙草胺、甲草胺、异丙甲草胺、二甲戊灵、丁草胺、氟酰胺、丙草胺、灭锈胺、吡氟酰草胺、各取 10mg 用正己烷定容至 10mL，苯噻酰草胺（100mg/L 乙酸乙酯 1mL）用正己烷定容至 10ml，混合稀释至 1mg/L 的混标。
- 2) 正己烷-丙酮（2+1，体积比）：取 200mL 正己烷，加入 100mL 丙酮，摇匀备用。
- 3) 正己烷-丙酮（8+2，体积比）：取 800mL 正己烷，加入 200mL 丙酮，摇匀备用。

3、提取步骤

大米

称取试样约 5g（精确到 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入 3 g 氯化钠、10mL 水和 20 mL 正己烷丙酮（2:1），涡旋，超声提取 20min，在 4 000 r/min 下离心 5 min。将上清液通过无水硫酸钠柱脱水于 50mL 浓缩瓶中。再用 20 mL 正己烷丙酮（2:1）重复提取一次，合并提取液于同 50 mL 浓缩瓶中，在 35℃ 水浴中用旋转蒸发器浓缩至近干，再用氮气流吹干。加入 2mL 正己烷溶解残渣待净化。

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

大豆

称取试样约 5 g (精确到 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入 5 g 无水硫酸钠, 加入 20ml 正己烷和 20 mL 乙腈, 涡旋, 超声提取 20min, 在 10000 r/min 下离心 5 min. 将下层乙腈转移至 50 mL 浓缩瓶中。再用 20 mL 乙腈重复提取一次, 合并提取液于同一 50 mL 浓缩瓶中, 在 35°C 水浴中用旋转蒸发器浓缩至近干, 再用氮气吹干。加入 2mL 正己烷溶解残渣, 待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱: 月旭 Welchrom®Alumina-N, 规格: 1000mg/6mL。

活化: 依次用 3mL 丙酮、5mL 正己烷活化。

上样: 待净液全部上样

淋洗: 6mL 正己烷, 弃去流出液。

洗脱: 精确移取 10mL 正己烷: 丙酮 (8:2) 洗脱, 抽干并收集于旋转蒸发瓶中;

浓缩: 将收集液体于 45°C 氮气流吹至近干。

复容: 用正己烷定容至 1mL

5、注意事项

- 1) 大豆提取液国标用的是乙腈但无法提取混标中的二甲戊灵, 所以改提取液为正己烷+乙腈 (除去油脂干扰)
- 2) 大豆空白中丁草胺含量较大, 所以在样加标时另加入含 0.1 μ g 的丁草胺。
- 3) 原国标淋洗液为正己烷: 丙酮 (9:1), 但是能带出目标物, 改用正己烷淋洗。

6、色谱条件

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

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	250 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 100 $^{\circ}$ C, 保持 1min; 以 15 $^{\circ}$ C/min 升温至 260 $^{\circ}$ C; 保持 15min
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	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	230 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	5.0min

7、色谱图或者加标回收率结果

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

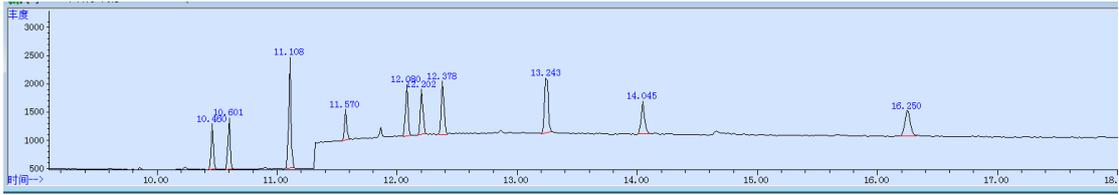


图 1.除草剂混标 0.1mg/L 标准图谱



图 2.大米空白图谱

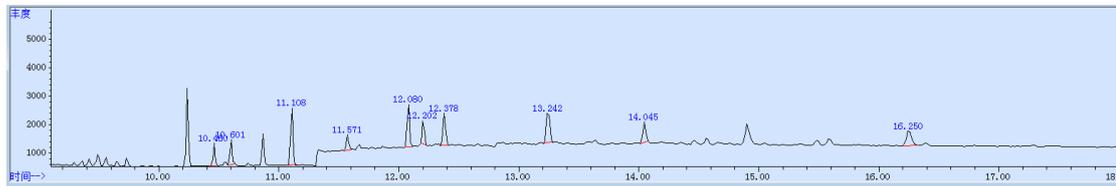


图 3.大米样加标 0.02mg/kg 图谱

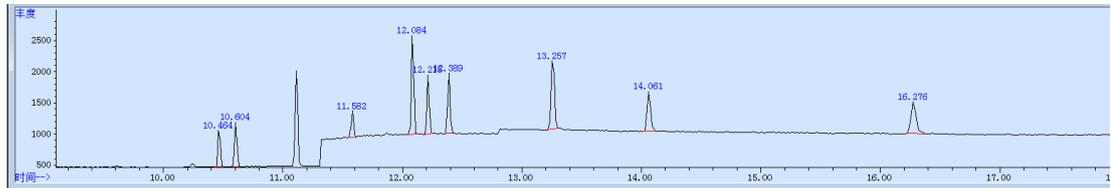


图 4 除草剂混标其他 0.1mg/L，丁草胺 0.2mg/L 标准图谱



图 5 大豆空白图谱

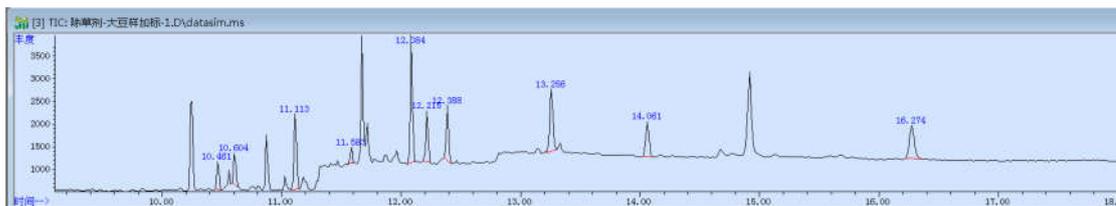


图 6 大豆加标其他 0.02mg/kg，丁草胺 0.04mg/kg 标准图谱

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 1.大米加标回收表

分类	加标水平 mg/kg	回收率%	RSD/% (n=2)
乙草胺	0.02	96%	5.70%
甲草胺		95%	1.73%
异丙甲草胺		115%	1.91%
二甲戊灵		106%	5.15%
丁草胺		99%	5.36%
氟酰胺		101%	4.02%
丙草胺		104%	5.07%
灭锈胺		100%	2.68%
吡氟酰草胺		97%	1.68%
苯噻酰草胺		111%	2.24%

表 2.大豆加标回收表

分类	加标水平 mg/kg	回收率%	RSD/% (n=2)
乙草胺	0.02	109%	3.26%
甲草胺		71%	0.50%
异丙甲草胺		114%	1.87%
二甲戊灵		68%	5.24%
氟酰胺		116%	2.44%
丙草胺		95%	2.24%
灭锈胺		127%	3.34%
吡氟酰草胺		127%	0.56%
苯噻酰草胺		106%	5.34%
丁草胺		0.04	126%

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

9、相关产品信息

货号	名称	规格
00518-20007	SPE 小柱	Welchrom® Alumina-N, 1000mg/6ml, 30pk
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
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
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25μm
00826-A010P0 50	乙草胺标准品	CAS No.:34256-82-1,50mg
00826-A017P2 50	甲草胺标准品	CAS No.:15972-60-8,250mg
00826-M050P1 00	异丙甲草胺/屠锈胺标准品	CAS No.:51218-45-2,100mg
00826-P016P10 0	二甲戊乐灵标准品	CAS No.:40487-42-1,100mg
	丁草胺	CAS: 23184-66-9
	氟酰胺	CAS: 66332-96-5
00826-P066P25 0	丙草胺标准品	CAS No.:51218-49-6,250mg
	灭锈胺	CAS: 55814-41-0
	吡氟酰草胺	CAS: 83164-33-4
	苯噻酰草胺	CAS: 73250-68-7

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com