

大米中二苯醚类除草剂残留量的测定 GB23200.2-2016

1、适用范围

适用于大米与大豆中 9 种二苯醚类除草剂残留量的测定。（本实验选用样品为大米）

参考标准：《GB23200.2-2016 食品安全国家标准 除草剂残留量检测方法 第 2 部分：气相色谱-质谱法测定 粮谷及油籽中二苯醚类除草剂残留量》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：分别取适量环庚草醚、三氟硝草醚、乙氧氟草醚、除草醚、苯草醚、甲氧除草醚、甲羧除草醚、乳氟禾草灵用丙酮溶解并定容至 10mL，浓度为 100 μ g/mL
- 2) 标准工作液：吸取标准储备液 0.1mL 用丙酮溶解并定容至 10mL，浓度为 1 μ g/mL
- 3) 洗脱剂：取 60mL 正己烷加入 40mL 丙酮，超声混匀待用。

3、提取步骤

称取试样 5g（精确至 0.01g），于 50mL 具塞离心管中，加入 2mL 水和 20mL 乙腈，再加入 2g 无水硫酸钠，涡旋混匀，5000r/min 离心 5min，吸取 140 μ L 上清液于另一 15mL 离心管中，于 40 $^{\circ}$ C 氮吹至干，加入 1mL 正己烷，待净化

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Florisil PR 规格：500mg/3mL

活化：6mL 丙酮，6mL 正己烷弃去；

上样：待净化液全部上样，弃去流出液；

洗脱：5mL 洗脱剂，收集流出液于 15mL 离心管中；



40℃氮吹至干，用正己烷溶解残渣定容至 1mL，GC/MS 检测。

5、注意事项

1、加标水平：5g 样中加入 100 μ L 1 μ g/mL 标准工作液，取 10mL 提取液浓缩上样，定容至 1mL，因此加标水平为 0.02mg/kg，最终机度数为 50 μ g/L。

2、过柱时流速不宜过快，控制流速在 1d/s。

6、色谱条件

6.1 气相条件

色谱柱	WM-5MS, 30m \times 0.25mm, 0.25 μ m
进样口温度	270 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 70 $^{\circ}$ C，保持 2min；50 $^{\circ}$ C/min, 升温至 180 $^{\circ}$ C，10 $^{\circ}$ C/min，升温至 200 $^{\circ}$ C，2 $^{\circ}$ C/min，升温至 220 $^{\circ}$ C，10 $^{\circ}$ C/min，升温至 280 $^{\circ}$ 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	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



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

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	8min

7、色谱图或者加标回收率结果

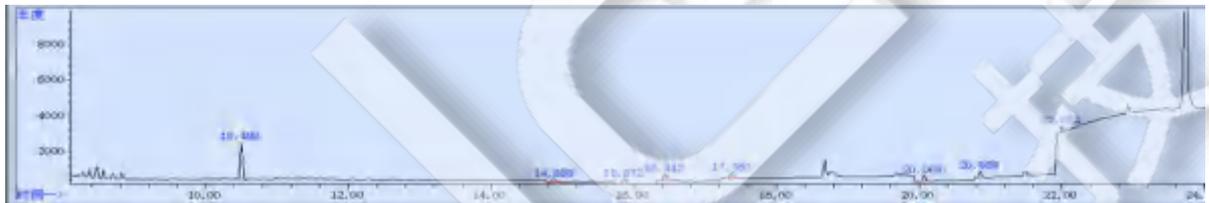


图 1. 混标对照品 50µg/L 图谱

名称	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
环庚草醚	10.483	BB	0.04	213941	10.354	10.596
三氟硝草醚	14.832	M	0.057	26544	14.748	14.987
乙氧氟草醚	15.825	M	0.059	39266	15.726	15.897
除草醚	16.395	BB	0.063	61705	16.281	16.538
苯草醚	17.331	M	0.056	47482	17.217	17.464
甲氧除草醚	20.031	M	0.039	29015	19.975	20.118
甲羧除草醚	20.823	M	0.038	30436	20.755	20.905
乳氟禾草灵	21.972	M	0.034	21531	21.925	22.028



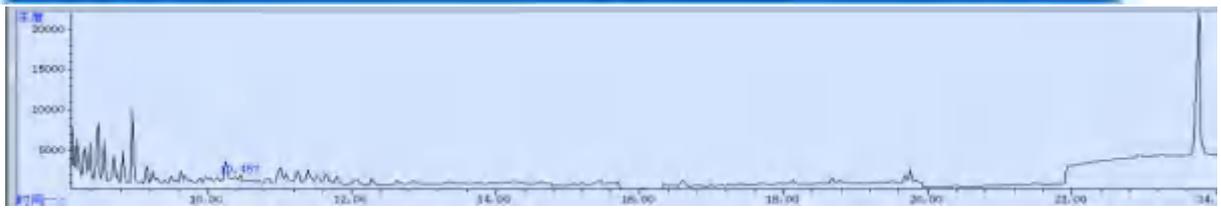


图 2. 大米样品空白 图谱

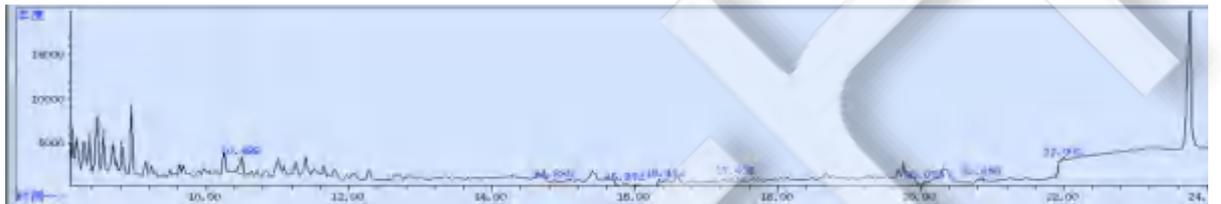


图 3. 大米样加标 0.02mg/kg 图谱

表 1. 加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
环庚草醚	0.02	104%	4.55%
三氟硝草醚		108%	0.96%
乙氧氟草醚		104%	1.84%
除草醚		92%	2.86%
苯草醚		87%	1.46%
甲氧除草醚		81%	0.27%
甲羧除草醚		105%	4.67%
乳氟禾草灵		101%	5.00%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
----	----	----



00516-20005	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR, 500mg/3mL, 50pk
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
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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m×0.25mm, 0.25μm



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