

小麦中有机磷农药残留量测定 SN/T 3768-2014

1、适用范围

适用于玉米、糙米、大米、小麦和荞麦中敌敌畏、丙线磷、特丁磷、二嗪磷、乙嘧硫磷、二噁硫磷、甲基嘧啶磷、马拉硫磷、倍硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、稻丰散、丁安磷、苯硫磷、乙酰甲胺磷、甲基乙拌磷等 16 种有机磷农药残留量的气相色谱-质谱法检测和确证方法（该实验选用基质为小麦）

参考标准：《SN/T 3768-2014 出口粮谷中多种有机磷农药残留量测定方法 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：分别称取 1mg 标准品，用丙酮溶解并定容至 10mL，浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$
- 2) 标准工作液：吸取 100 μL 标准贮备液，用乙酸乙酯溶解并定容至 10mL，浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$

3、提取步骤

称取试样 2g 于 50mL 具塞离心管中，加入 10mL 丙酮，超声提取 10min，5000r/min 离心 3min，吸取澄清液至浓缩瓶中，残渣再用 5mL 丙酮重复提取一遍，合并提取液，于 35 $^{\circ}\text{C}$ 旋蒸至干，准确加入 10mL 环己烷-乙酸乙酯（1:1），待净化

4、SPE 净化步骤

凝胶渗透色谱条件如下：

GPC 仪器型号	月旭 GPC-1600 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25 \times 400mm

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

流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）
流速	5.0 mL/min
进样量	5.0mL
收集时间	18-28min
波长	254nm



将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-环己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 18-28min 流分，将其旋转蒸发至干，用乙酸乙酯定容至 1mL 供气质检测。

5、注意事项

1) 加标水平：2g 样中加入 0.4mL 1 μ g/mL 有机磷混合标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.2mg/kg，最终机度数为 0.2mg/L。

2) 原国标方法前处理较为复杂，改用丙酮直接提取

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

3) 原国标净化方法先过 GPC 再过 SPE 小柱但是有四种回收率不理想, 改直接过 GPC 净化

6、色谱条件

6.1 气相条件

色谱柱	WM-1701,30m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	250℃
升温程序	初始温度为 50℃, 保持 1min; 30℃/min, 升温至 180℃, 保持 1min; 5℃/min, 升温至 270℃, 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	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	250℃
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	5min

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

7、色谱图或者加标回收率结果

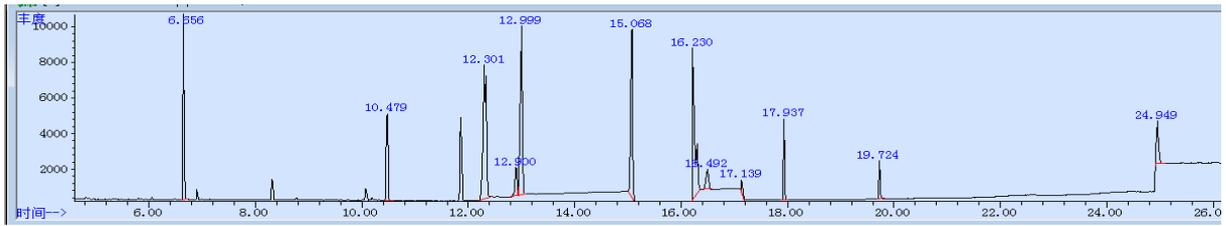


图 1. 对照品 0.2 mg/L 图谱

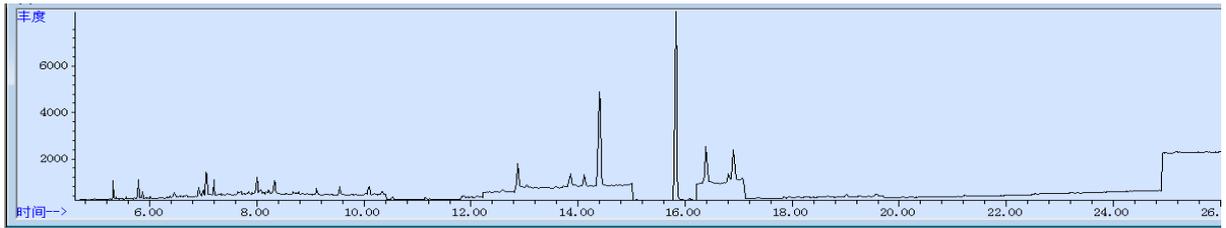


图 2 小麦样品空白图谱

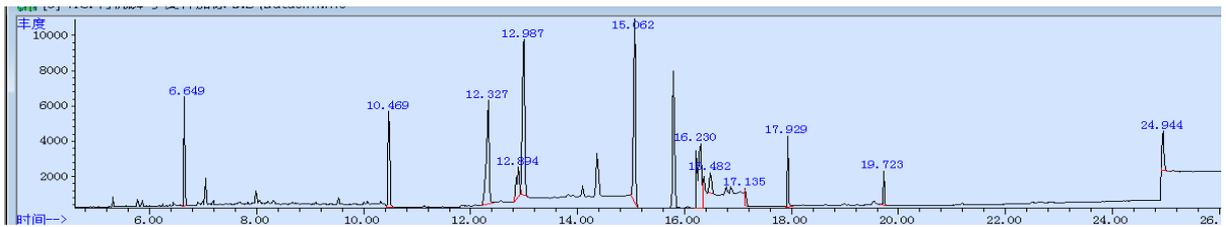


图 3. 小麦样加标 0.2 mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
敌敌畏	0.2	74%	3.67%
丙线磷		111%	5.31%
特丁磷		75%	7.40%
二嗪磷		99%	2.86%
乙嘧硫磷、二噁硫磷		104%	4.18%
甲基嘧啶磷		106%	4.27%
马拉硫磷、倍硫磷		78%	0.54%
杀螟硫磷		103%	4.17%
对硫磷		98%	5.83%

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

稻丰散	90%	6.84%
丁安磷	87%	5.67%
苯硫磷	92%	3.15%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
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
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads S-X3, 400*25mm
03907-22001	气相色谱柱	WM-1701, 30m×0.25mm×0.25μm
	敌敌畏	CAS No. 62-73-7
	丙线磷	CAS No. 13194-48-4
	特丁磷	CAS No. 13071-79-9
	二嗪磷	CAS No. 333-41-5
	乙噻硫磷	CAS No. 38260-54-7
	甲基嘧啶磷	CAS No. 29232-93-7
	马拉硫磷	CAS No. 121-75-5
	杀螟硫磷	CAS No. 122-14-5
	对硫磷	CAS No. 56-38-2
	稻丰散	CAS No. 2597-03-7

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

	丁安磷	CAS No. 36335-67-8
	苯硫磷	CAS No. 2104-64-5
	二噁硫磷	CAS No. 78-34-2
	倍硫磷	CAS No. 55-38-9

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