

食品中苯酰胺类农药残留量的测定 GB23200.72-2016

1、适用范围

适用于玉米、菠菜、蘑菇、苹果、大豆、板栗、茶叶、牛肉、牛肝、鸡肉、鱼肉、牛奶中 25 种苯酰胺类农药残留量的测定和确证（该实验选用基质为玉米）

参考标准：《GB 23200.72-2016 食品安全国家标准食品中苯酰胺类农药残留量的测定气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：分别称取毒草胺、氯苯胺灵、炔苯酰草胺、甲草胺、异丙甲草胺、敌稗、丁草胺、氟酰胺、丙草胺、敌草胺、灭锈胺 1mg，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 1mL 标准储备液，用正己烷溶解并定容至 10mL，浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$
- 3) 提取剂丙酮-正己烷（1+2）：取 100mL 丙酮，加入 200mL 正己烷，摇匀备用。
- 4) 丙酮-正己烷（1+1）：取 200mL 丙酮，加入 200mL 正己烷，摇匀备用。

3、提取步骤

称取 2.5g 试样与 50mL 具塞离心管中，加入 6mL 饱和氯化钠水溶液，涡旋 30s，加入 6mL 提取剂，超声提取 10min，5000r/min 离心 1min，吸取上层提取液于另一离心管中。再分别加入 4mL 提取剂重复提取两次，合并提取液，在 45℃氮吹约 1mL 待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Alumina-N, 500mg/6mL

活化：6mL 正己烷-丙酮（1+1）活化

上样：全部上样

洗脱：5 mL 正己烷-丙酮（1+1），45℃氮吹近干

复溶：正己烷定容至 1mL

5、注意事项

- 1) 加标水平：2.5 g 样中加入 100 μ L 10 μ g/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.4mg/kg，最终机度数为 1mg/L。

6、色谱条件

6.1 气相条件

色谱柱	WM-1701,30m \times 0.32mm \times 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 160 $^{\circ}$ C，保持 1min；以 2 $^{\circ}$ C/min 升温至 200 $^{\circ}$ C，保持 2min；以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 240 $^{\circ}$ C；最后以 20 $^{\circ}$ C/min 升温至 260 $^{\circ}$ C，保持 5min
载气	高纯氮气（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

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

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°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	8min

1、色谱图或者加标回收率结果

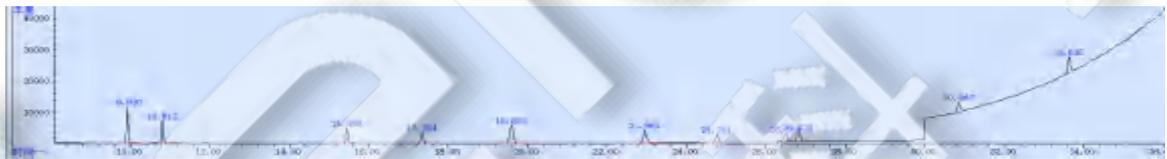


图 1. 对照品 1 mg/L 图谱

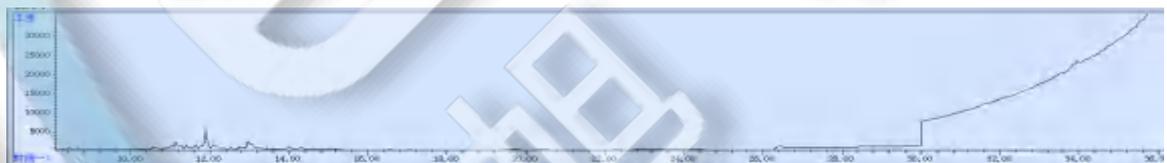


图 2 玉米样品空白 图谱

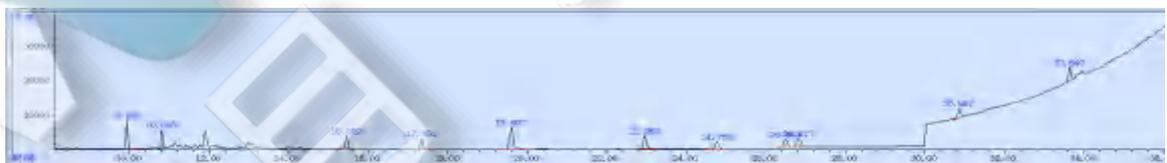


图 3. 玉米样加标 0.4mg/kg 图谱

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: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

表 1. 加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
毒草胺	0.4	98%	3.61%
氯苯胺灵		88%	5.32%
炔苯酰草胺		105%	2.31%
甲草胺		94%	5.52%
异丙甲草胺		90%	5.36%
敌稗		88%	5.04%
丁草胺		88%	5.59%
敌草胺		87%	2.60%
丙草胺		104%	2.12%
氟酰胺		105%	6.04%
灭锈胺		119%	6.88%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00518-20006	SPE 小柱	Welchrom® Alumina-N,500mg/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
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
	毒草胺标准品	CAS No. 1918-16-7
00826-C074P250	氯苯胺灵标准品	CAS No.:101-21-3,250mg
	炔苯酰草胺	CAS No.23950-58-5
00826-A017P250	甲草胺标准品	CAS No.:15972-60-8,250mg
00826-M050P100	异丙甲草胺/屠锈胺标准品	CAS No.:51218-45-2,100mg

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

00826-P074P250	敌稗标准品	CAS No.:709-98-8,250mg
	丁草胺	CAS No.23184-66-9
	敌草胺	CAS No.15299-9-7
00826-P066P250	丙草胺标准品	CAS No.:51218-49-6,250mg
	氟酰胺	CAS No.66332-96-5

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