

大米中除虫脲残留量的测定 GB/T 5009.147-2003

1、适用范围

适用于水果、蔬菜及粮食中除虫脲的测定（该实验选用基质为大米）

参考标准：《GB/T 5009.147-2003 植物性食品中除虫脲残留量的测定》

《NY/T1720-2009 水果、蔬菜中杀铃脲等七种苯甲酰脲类农药残留量的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 除虫脲标准储备液：取 10mg 除虫脲标准品，用二氯甲烷溶解并稀释至 10mL，浓度为 1mg/mL，作为除虫脲的储备液。
- 2) 除虫脲标准工作液：取 0.1mL 除虫脲标准储备液用甲醇定容至 10mL，即 0.01mg/mL 除虫脲标准工作液。

3、提取步骤

大米（搅碎）

5g（精确至 0.01g）样置于 50mL 离心管中，加入 10mL 乙腈，振荡 1min，超声 10min，加入 2.5g 氯化钠，振荡混匀，超声 10min，8000rpm 离心 2min，移取上清液，再加 10mL 乙腈重复提取一次，合并上清液，移取上清液 5mL 加水至 15mL 待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®C18，规格：1000mg/6mL

活化：5ml 甲醇，5mL 水，弃去

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

上样:待净化液全部上样, 弃去

洗脱:3.5ml 甲醇, 压干收集, 用水添加至 4mL, 过 0.22 μ m 有机滤头, 上机检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平: 在 5g 样中精确加入 0.32mL 的 0.01mg/mL 除虫脲标准工作液, 加标水平为 0.64mg/kg, 机读数为 0.2mg/L。
- 2) 液相方法参考 GB/T 5009.147-2003, 根据 GB/T 5009.147-2003, 用 Florisil PR, 标过柱回收率不理性, 且会多出很多杂峰, 氮吹对目标物的损失也很大, 参考文献《SPE-HPLC 测定黄瓜中除虫脲灭幼脲和杀铃脲的残留检测方法》中使用的 SPE 柱 C18, 标过柱回收 ok, 样加标回收也 ok, 前处理提取方法参考 NY/T1720-2009

6、色谱条件

色谱柱: 月旭 Ultimate® XB-C18 4.6 \times 250mm, 5 μ m

流动相: A-甲醇, B-水 (等度 A:B=75:25)

流速: 1.000mL/min

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 20 μ L

检测波长: 254nm

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: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

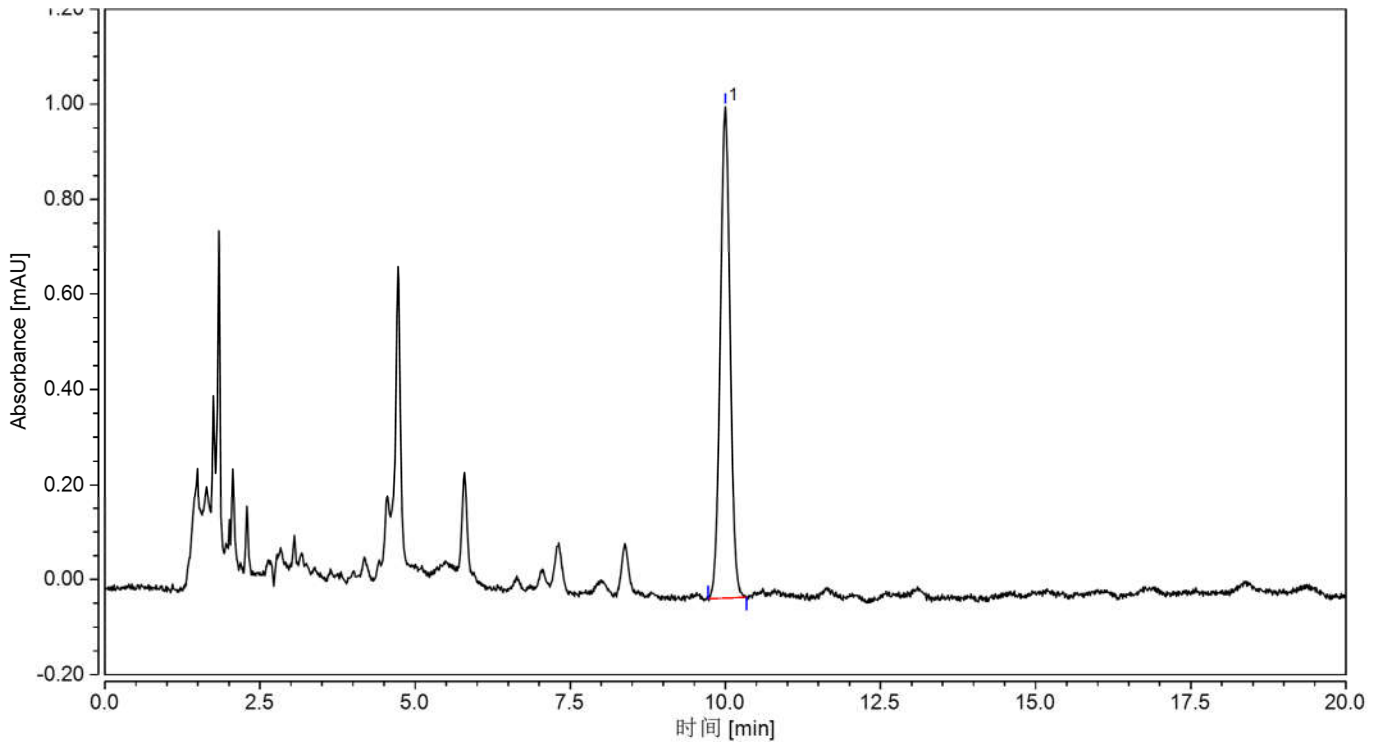
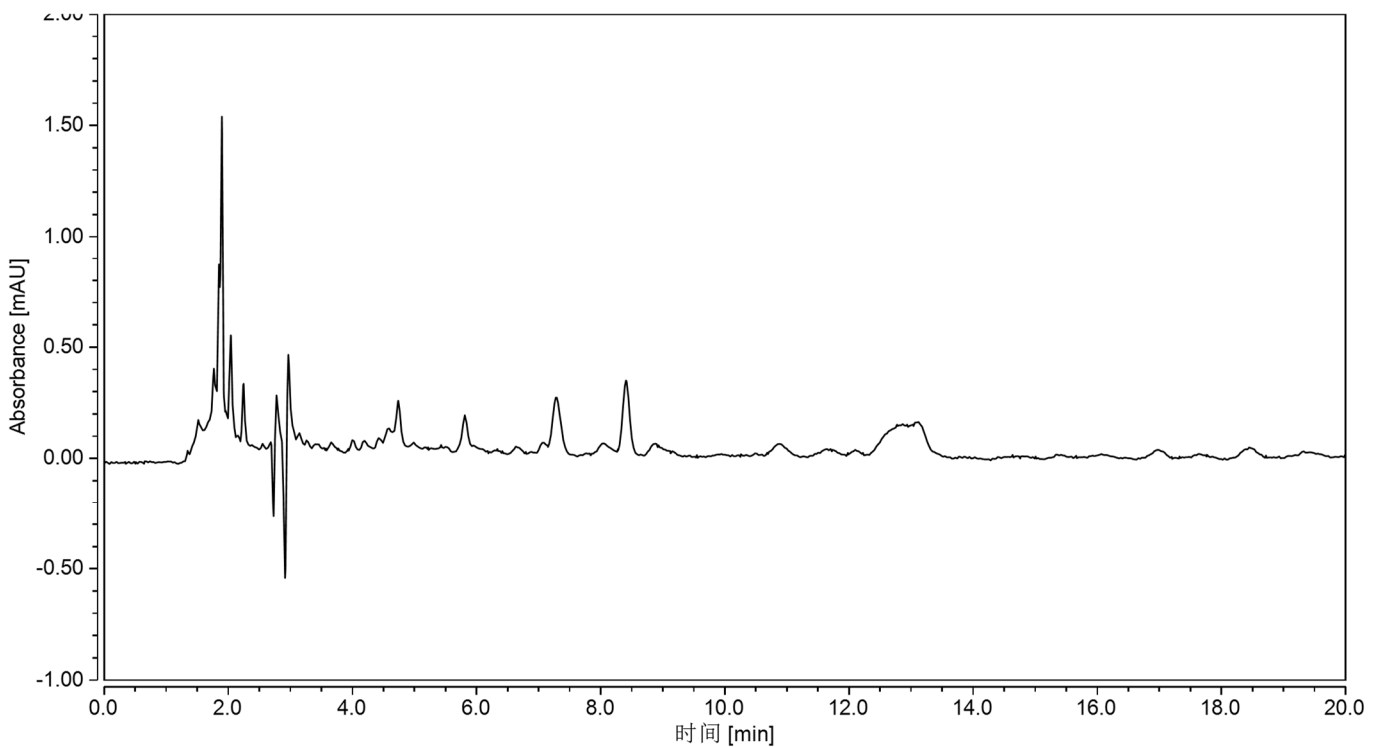


图 1、除虫脲 0.2 μ g/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
除虫脲	9.998	0.189	1.034	100.00	1.01	n.a.	19402



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

图 2、 大米空白过柱图谱

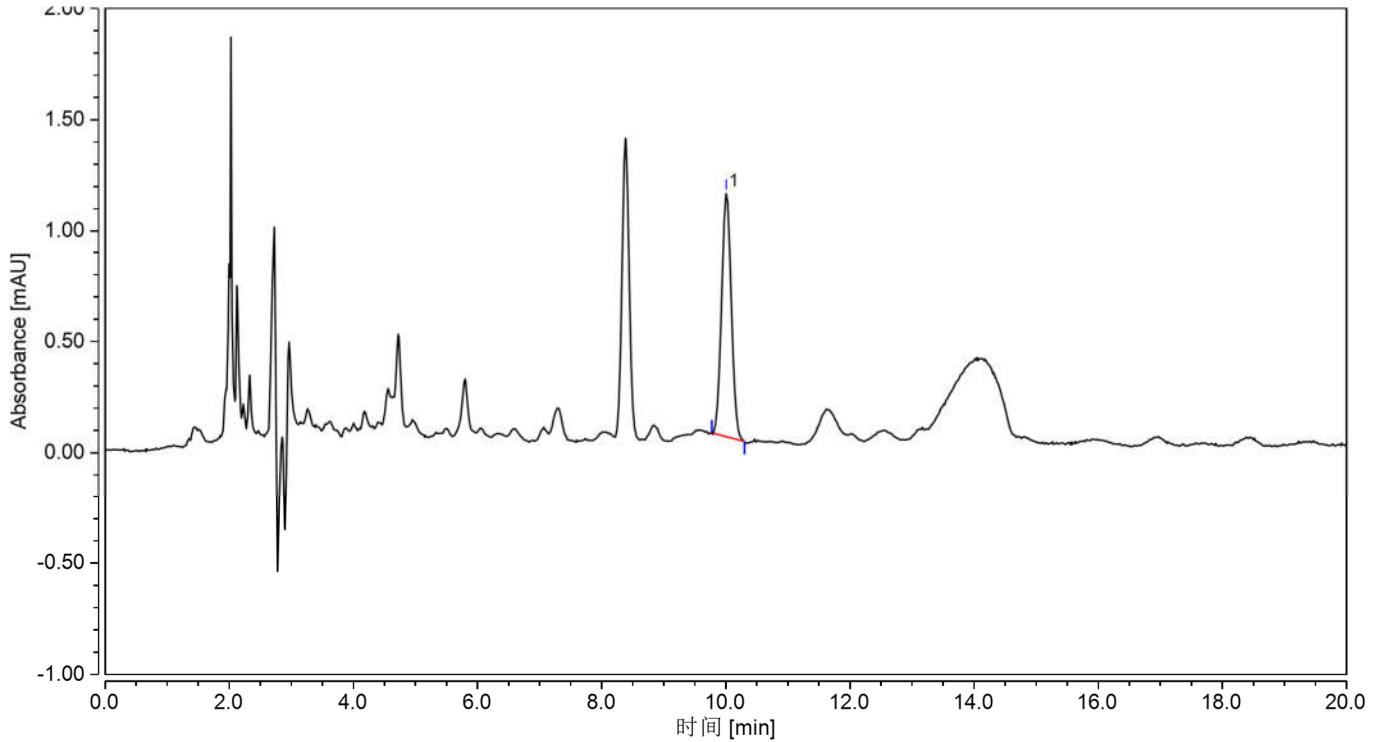


图 3、 大米样加标 0.64mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	基质	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
除虫脲	大米	0.64	104	1.22

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00504-11007	SPE 小柱	Welchrom® C18,1000mg/6ml, 30pk
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形

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

		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
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate®XB-C18,4.6×250mm,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	除虫脲标准品	CAS:35367-38-5

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