

## 植物源食品中甲基异柳磷残留量的测定

### 1、适用范围

适用于植物源食品中甲基异柳磷残留量的测定（该实验选用基质为大米）

参考标准：《GB 5009.144-2003 植物源食品中甲基异柳磷残留量的测定》

### 2、溶液的配制

1) 甲基异柳磷标准储备液：准确称取 1mg 标准品，用丙酮稀释并定容至 10mL，浓度为 100 $\mu$ g/mL。

2) 甲基异柳磷标准工作液：准确移取甲基异柳磷标准储备液 0.1mL，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 1 $\mu$ g/mL。

### 3、提取步骤

称 10g 样品，加入 20ml 乙酸乙酯，涡旋混匀，超声提取 15min，8000r/min 离心 5min，将上清液转移至鸡心瓶中，再加入 20ml 乙酸乙酯重复提取一次，合并两次的上清液于鸡心瓶中，在 40 $^{\circ}$ C 下旋蒸至干，加入 10ml 乙酸乙酯，待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Florisil PR，规格：4g/12mL。

活化：20ml 乙酸乙酯，弃去；

上样：待净化液全部上样，收集于鸡心瓶中；

洗脱：20ml 乙酸乙酯，收集于鸡心瓶中；

复溶：40 $^{\circ}$ C 旋蒸至干，用丙酮定容至 1mL，过 0.22 $\mu$ m 滤头后上 GC 检测。



## 5、注意事项

- 1) 加标水平：10g 样品中加入 0.1mL 1 $\mu$ g/mL 标准中间液，定容至 1mL，因此加标水平为 10 $\mu$ g/kg，最终机度数为 0.1 $\mu$ g/mL。

## 6、色谱条件

色谱柱	WM-1701, 30.0m $\times$ 0.32mm $\times$ 0.25 $\mu$ m
进样口温度	220 $^{\circ}$ C
检测器 (FPD) 温度	220 $^{\circ}$ C
载气	N <sub>2</sub>
载气	N <sub>2</sub> , 尾吹气流速: 25mL/min; 氢气流速: 50mL/min, 空气流速: 75mL/min。
进样方式	不分流进样
载气流量	1.0 mL/min
进样量	1 $\mu$ L
升温程序	90 $^{\circ}$ C (1min), 30 $^{\circ}$ C/min 上升至 210 $^{\circ}$ C (8min), 10 $^{\circ}$ C/min 升至 240 $^{\circ}$ C, 30 $^{\circ}$ C/min 上升至 270 $^{\circ}$ C (5min) ;

## 7、色谱图或者加标回收率结果

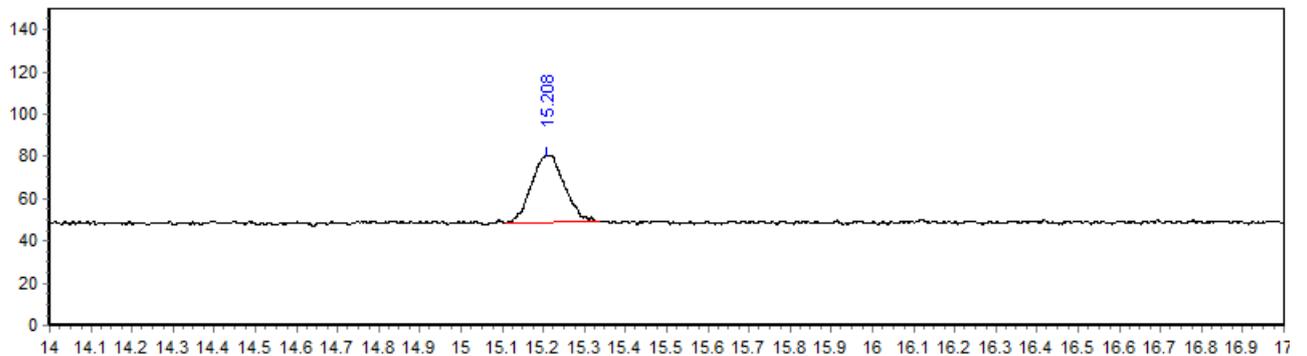


图 1.甲基异柳磷标准品 100 $\mu$ g/L 图谱

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: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



表 1. 出峰情况

峰名称	保留时间 min	峰高 Hz	峰面积 Hz*s	相对峰面 积%	分离度	塔板数 (EP)
甲基异柳磷	15.18	21.42	114.99	100	52.957	5634

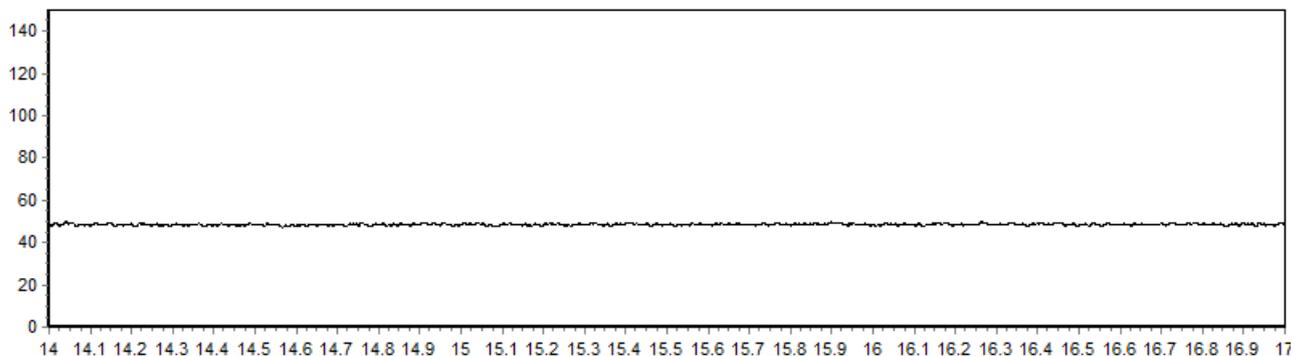


图 2.大米样品空白图谱

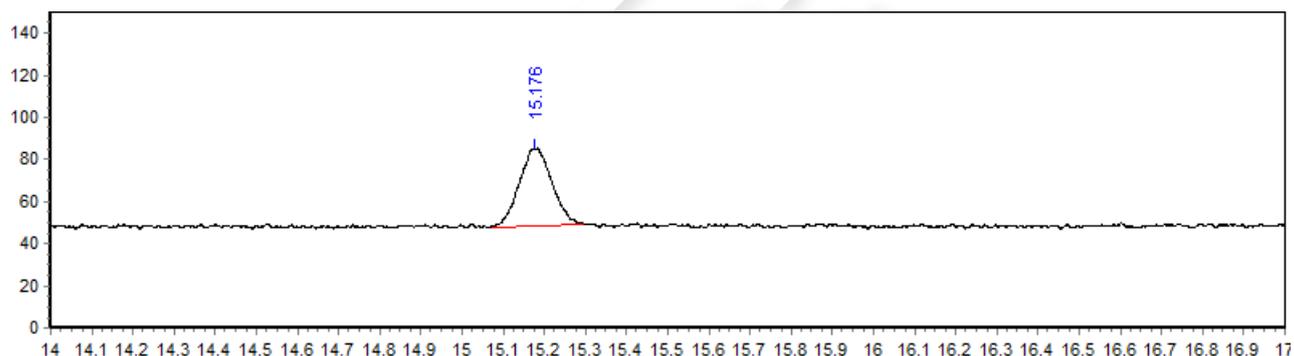


图 3. 大米样品加标 10µg/kg 图谱

表 2.加标回收率表

分类	加标水平 µg/kg	平均回收率%	RSD %
甲基异柳磷	10	105.64%	6.93%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20095	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR,4g/12ml,20pk



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

00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 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	Welch 固相萃取装置, 12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom® 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	Welchrom® 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
03907-32001	气相色谱柱	WM-1701 30m*0.32mm*0.25μm
00826-I022P010	甲基异柳磷标准品	A2S, CAS No.:99675-03-3, 10mg

