

## 大米中异瘟稻净残留量的测定 GB 23200.83-2016

### 1、适用范围

适用于茶叶、菠菜、芥头、苹果、板栗、蜂蜜、食醋、大米、鸡肉、牛肉、鱼肉中异瘟稻净残留量的测定和确证。（本实验样品为大米）

参考标准《GB 23200.83-2016 食品安全国家标准 食品中异瘟稻净残留量的检测方法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：精确吸取 1mL 浓度为 1mg/mL 准品用丙酮溶解并定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
- 2) 标准中间液：精确吸取 0.1mL 标准储备液用正己烷溶解并定容至 10mL，即 0.001mg/mL 储备液。
- 3) 标准工作液：精确移取 1mL 标准中间液，用正己烷溶解并定容至 10mL，即 0.0001mg/mL 储备液。
- 4) 正己烷-丙酮（1:1）：量取正己烷 100mL 加入 100mL 丙酮，超声混匀备用。
- 5) 正己烷-丙酮（2:1）：量取正己烷 200mL 加入 100mL 丙酮，超声混匀备用。

### 3、提取步骤

精确称取样品 1g（精确至 0.001g）置于 15mL 的螺口尖底离心管，加入 1g 氯化钠，加入 2mL 水，涡旋混匀，加入 3mL 正己烷-丙酮（2:1），超声 10min，2500r/min 离心 1min，吸取上层正己烷至另一离心管中，残渣中分别加入 3mL 正己烷-丙酮（2:1）重复提取两遍，合并，待净化。

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

## 4、净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Alumina-N, 150mg/3mL（柱内填约 1cm 高无水硫酸钠层）

活化：3mL 丙酮，3mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，接收；

洗脱：3mL 正己烷-丙酮（1:1），收集流出液 15mL 离心管中；

45℃氮吹至近干，用正己烷溶解残渣定容至 1mL，GC/MS 检测。

## 5、注意事项

加标水平：在 1g 样中加入 100 $\mu$ L 0.0001mg/mL 的异瘟稻净标准工作液，定容至 1mL，加标水平 0.01mg/kg，机读数 0.01mg/L；

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25 $\mu$ m
进样口温度	280℃
升温程序	初始温度为 80℃，保持 2min；以 7℃/min 升温至 205℃；再以 25℃/min 升温至 280℃，保持 5min；
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	0.8mL/min
进样量	1 $\mu$ L

### 6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
------	-------------

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

电离能量	70eV
传输线温度	270°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	16min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

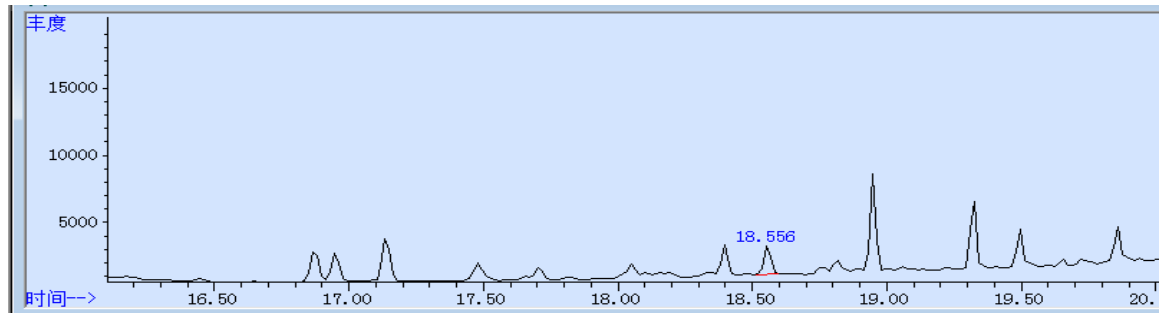


图 1. 0.01mg/L 标准图谱

峰名称	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
异稻瘟净	18.556	M	0.029	37948	18.514	18.599

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

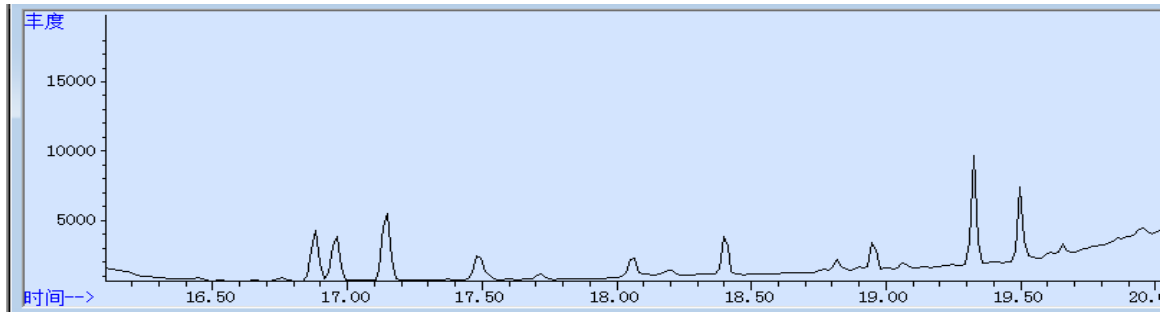


图 2.大米空白图谱

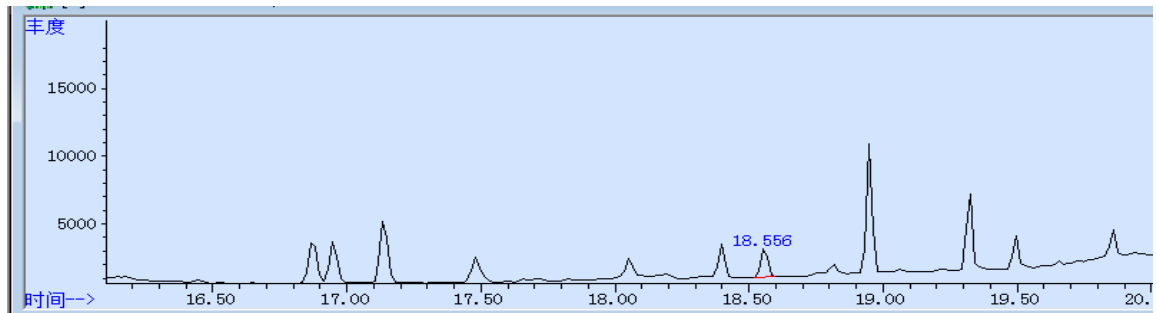


图 3.大米样加标 0.01mg/kg 图谱

表 1.加标回收表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD (N=2)
异稻瘟净	0.01	92	4.55%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00518-20003	SPE 小柱	Welchrom® Alumina-N,150mg/3mL,50pk
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

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

		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
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

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com