

# 淮安大米苕嘧磺隆残留量检测 大米 - 葡聚糖含量检测

产品名称	淮安大米苕嘧磺隆残留量检测 大米 - 葡聚糖含量检测
公司名称	广分检测技术（苏州）有限公司检测部
价格	800.00/件
规格参数	品牌:GFQT 周期:5-7个工作日 检测范围:全国
公司地址	江苏省昆山市陆家镇星圃路12号智汇新城B区7栋
联系电话	0512-65587132 17312626973

## 产品详情

检测方法标准依据：DB21/T 1545-2007 大米中苕嘧磺隆残留量的测定 高效液相色谱法 检测标准

### 1 范围

本标准规定了大米中苕嘧磺隆残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于大米中苕嘧磺隆残留量的测定。

本标准的方法检出限为0.01mg/kg。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的\*新版本。凡是不注日期的引用文件，其\*新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

NY/T 788 农药残留试验准则

### 3 原理

试样经二氯甲烷提取后，经液-液萃取，C18固相萃取柱净化，用高效液相色谱反相分离，紫外检测器检测，外标法定量。

### 4 试剂和材料

所有的试剂如未注明规格，均为分析纯;实验用水，如未注明，均应符合GB/T 6682 中一级用水的要求。

#### 4.1 正己烷

#### 4.2 乙腈。

#### 4.3 乙腈：色谱纯。

#### 4.4 乙酸

#### 4.5 二氯甲烷。

#### 4.6 氨水溶液：0.15mol/L。

#### 4.7 苄嘧磺隆标准物质：纯度 99%。

#### 4.8 标准溶液

4.8.1 苄嘧磺隆标准贮备液，浓度为100  $\mu\text{g/mL}$ 。准确称取苄嘧磺隆0.0100g，置于100.0mL容量瓶中，加乙腈(4.3)溶解并定容至刻度。贮存于0~5 的冰箱中。

4.8.2 苄嘧磺隆标准中间溶液：浓度为10  $\mu\text{g/mL}$ 。准确移取1.0mL苄嘧磺隆标准贮备溶液(4.8.1)于10.0mL容量瓶中，用乙腈(4.3)定容。贮存于0~5 的冰箱中。

4.8.3 苄嘧磺隆标准曲线工作液：分别准确移取0.1、0.2、0.5、1.0、2.0mL苄嘧磺隆标准中间溶液(4.8.2)于5个10.0mL容量瓶中，用乙腈(4.3)定容，混和均匀。临用前配制。此标准系列的苄嘧磺隆浓度分别为0.1、0.2、0.5、1.0、2.0  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.9 C18固相萃取柱(M型，250MG)：使用前依次用25mL乙腈(4.2)，25mL氨水(4.6)淋洗，备用。

4.10 滤膜：0.45  $\mu\text{m}$ 。

## 5 仪器设备

5.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器。

5.2 固相萃取装置。

5.3 旋转蒸发仪。

5.4 真空泵。

5.5 超声波振荡器。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品的采集、贮存及制备方法

样品采集、贮存、及制备按照NY/T 788 标准执行。粉碎后的大米样品过20目筛。

### 6.2 样品处理

#### 6.2.1 提取

准确称取25g(±0.1g)制备好的试样于锥形瓶中。向锥形瓶中加入100mL二氯甲烷(4.5)，超声提取10min，

过滤。再重复超声提取两次，合并三次滤液。滤液用旋转蒸发器于35℃水浴下浓缩至近干。

## 6.2.2 净化

用50mL乙腈(4.2)溶解残渣，超声2min，移入125mL分液漏斗中，用正己烷萃取3次，每次50mL，振摇2min，弃去正己烷相，乙腈相用旋转蒸发器于35℃水浴下浓缩至近干。残渣用10mL氨水溶液(4.6)超声溶解，过预处理好的C18固相萃取柱(4.9)，控制流速小于1.0mL/min。再用10mL氨水溶液(4.6)清洗所用浓缩瓶，同样过C18固相萃取柱。然后用约10mL乙腈(4.2)洗脱，收集洗脱液，用旋转蒸发器于35℃水浴下浓缩至近干。\*后用乙腈(4.2)定容至2.0mL，过0.45 μm滤膜，供液相色谱测定。

## 6.3 测定

### 6.3.1 液相色谱参考条件

色谱柱：C18，5 μm，3.9 × 150mm或相当者。

流动相：乙腈+0.5%的醋酸水溶液(v+v，50+50)。

流速：0.9mL/min。

柱温：30℃。

检测波长：234nm。

进样量：10uL。

### 6.3.2 液相色谱测定

取苄嘧磺隆标准工作溶液系列(4.8.3)及样品溶液各10  $\mu$  L，注入高效液相色谱仪进行分析，用外标法定量

。