

## 小葱中哒螨灵残留量的测定 SN/T2432-2010

### 1、适用范围

适用于茶叶、葱中哒螨灵残留量的测定和确证。（本实验样品为小葱）

参考标准《SN/T2432-2010 进出口食品中哒螨灵残留量的检测方法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：精确吸取 1mL 浓度为 1mg/mL 标准品用乙酸乙酯溶解并定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
- 2) 标准工作液：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 标准工作液。（现配现用）
- 3) 提取剂：量取环己烷 100mL 加入 100mL 乙酸乙酯，超声混匀备用。

### 3、提取步骤

精确称取样品 2.5g（精确至 0.01g）置于 50mL 的具塞离心管中，加入 15mL 水，加入 20mL 提取剂涡旋混匀，超声提取 10min，4000r/min 离心 3min，吸取上层有机相，残渣中加入 20mL 提取剂重复提取一遍，合并有机相，40℃旋蒸至近干，加入 1mL 乙酸乙酯，待净化。

### 4、净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Carb/PSA, 50mg/50mg/1mL

活化：3mL 乙酸乙酯，弃去；

上样：待净化液全部上样，接收；

洗脱：1.5mL 乙酸乙酯，收集流出液 15mL 离心管中；

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

40℃氮吹至干，加入 1mL 乙酸乙酯，待检测。

## 5、注意事项

加标水平：在 2.5g 样中加入 100 $\mu$ L 0.001mg/mL 的哒螨灵标准工作液，定容至 1mL，加标水平 0.04mg/kg，机读数 0.1mg/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	250℃
升温程序	初始温度为 50℃，保持 1min；以 10℃/min 升温至 280℃，保持 10min；
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/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）
电离能量	70eV
传输线温度	280℃
离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃
监测方式	选择离子扫描（SIM） 147、309、105（丰度比 100:25:14）
溶剂延迟	24min

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

## 7、色谱图或者加标回收率结果

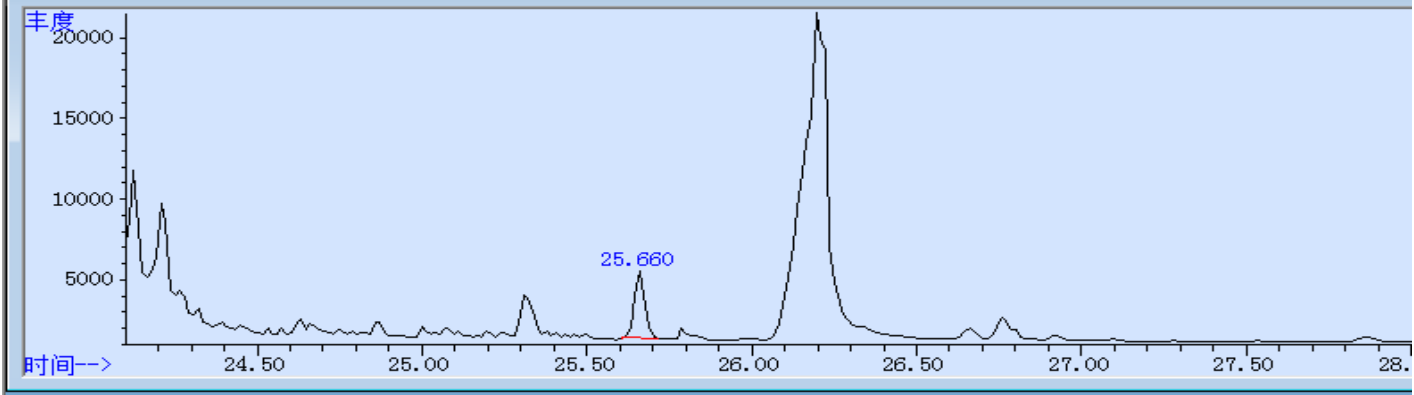


图 1. 0.1mg/L 哒螨灵标准图谱

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	25.66	M	0.037	95160	25.59	25.727

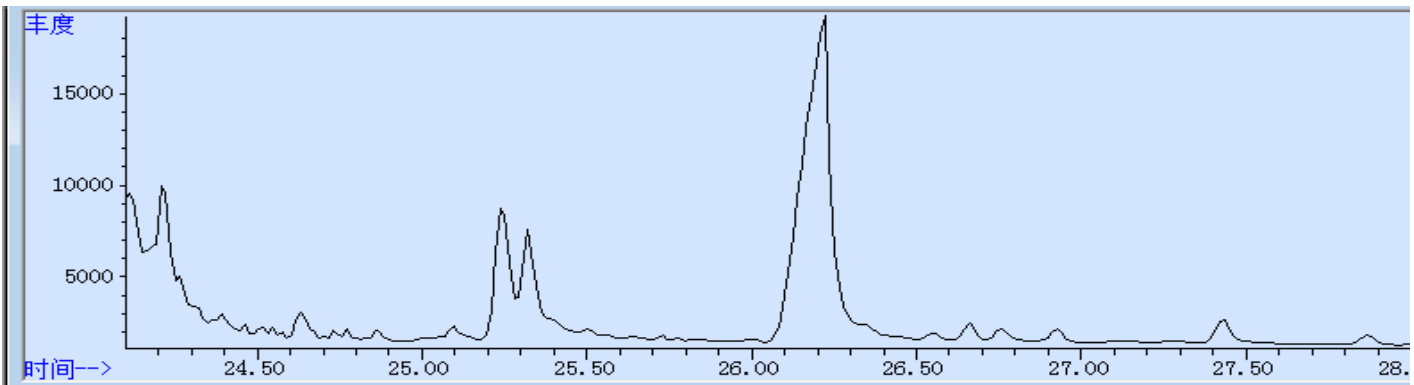


图 2.小葱空白图谱

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

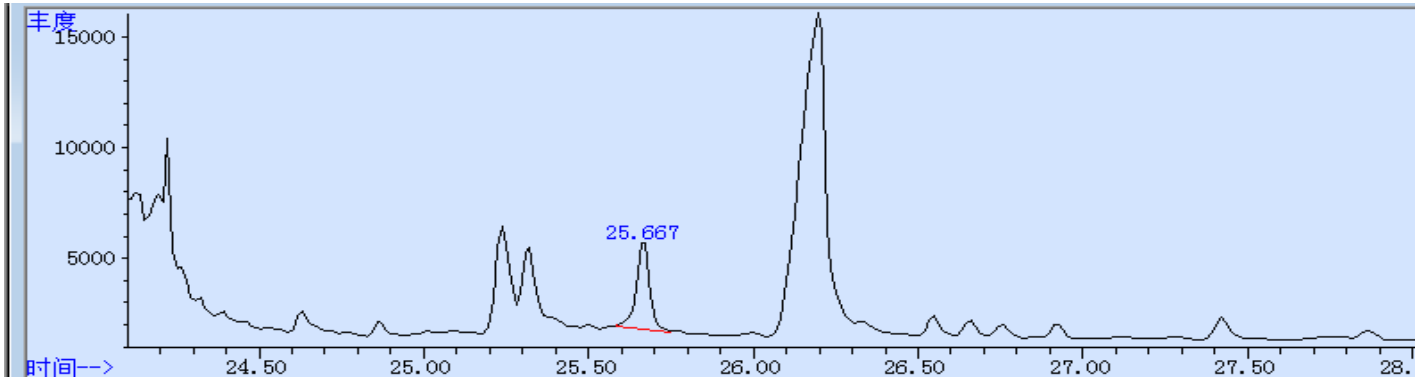


图 3.小葱样加标 0.04mg/kg 图谱

表 1.加标回收表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD (N=2)
哒螨灵	0.04	101	2.75%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
005PM-033-100	SPE 小柱	Welchrom® Carb/PSA,50mg/50mg/1mL,100pk
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
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

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
00826-P093S01M ANVC	哒螨灵(达螨酮)标准品	CAS No.:96489-71-3,1000 $\mu$ g/ml 于 乙腈,1.1ml

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