

蜂蜜中稻瘟灵的测定 SN/T2229-2008

1、适用范围

适用于蜂蜜中稻瘟灵的测定

参考标准：《SN/T 2229-2008 进出口食品中稻瘟灵残留量检测方法》

2、溶液的配制

- 1) 标准工作液：稻瘟灵标品中间液：准确移取 0.1mL 稻瘟灵标准品储备液，用正己烷定容至 10mL，浓度为 1mg/L。
- 2) 稻瘟灵标品使用液：准确移取 0.5mL 稻瘟灵标准品中间液，用正己烷稀释至 1mL，浓度为 0.5mg/L。
- 3) 30%甲醇溶液：量取 30mL 甲醇，加入 70mL 水，混匀。
- 4) 80%甲醇溶液：量取 80mL 甲醇，加入 20mL 水，混匀。
- 5) 硫酸钠溶液（20 g/L）：称取 2g 无水硫酸钠，用水溶解并稀释至 100mL

3、提取步骤

试样称取 5g，加入 15mL 水和 5mL 丙酮，涡旋混匀 0.5min，然后加入 5g 氯化钠和 20ml 正己烷，涡旋混匀 2 min。8000 rpm 离心 5 min,将上清液通过通过装有无水硫酸钠的滤纸过滤脱水于 100ml 浓缩瓶中。再用 20ml 正己烷重复提取一次，合并提取液于 100ml 浓缩瓶中，在旋转蒸发器上 45℃ 浓缩至干，加入 6mL 30%甲醇溶液溶解残渣待净化。

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: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

4、SPE 净化步骤

月旭 Welchrom[®] BRP，规格：60 mg/3mL。

活化：3mL 丙酮，3mL 水，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速在 1mL/min~2 mL/min，弃去流出液；

洗脱：加入 14mL 80%甲醇溶液洗脱，控制流速在 1mL/min~2 mL/min，收集流出液于 15 mL 离心管中；

复溶：60℃氮吹至约 3 mL 后，准确加入 5mL 正己烷和 5 mL 硫酸钠水溶液，涡旋混匀 2min，3000r/min 离心 3min，取上清液过 0.22μm 有机系滤膜后上 GC 检测。

5、注意事项

1) 加标水平：

5g 样品中，添加 250μL 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 50μg/kg。最终定容到 5mL，机读数为 50μg/L。

2) SPE 净化过程中，上样后可用 30%甲醇溶液润洗鸡心瓶后并入 SPE 小柱。

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-1701,30.0m×0.32mm×0.25μm
进样口温度	260℃
检测器 (ECD) 温度	350℃
载气	N ₂
进样方式	分流进样，分流比为 20:1
载气流量	1.0 mL/min
进样量	1μL
升温程序	150℃保持 4min，30℃/min 升到 260℃，保持 5min，20℃/min 升到 270℃，保持 3min；

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

7、色谱图或者加标回收率结果

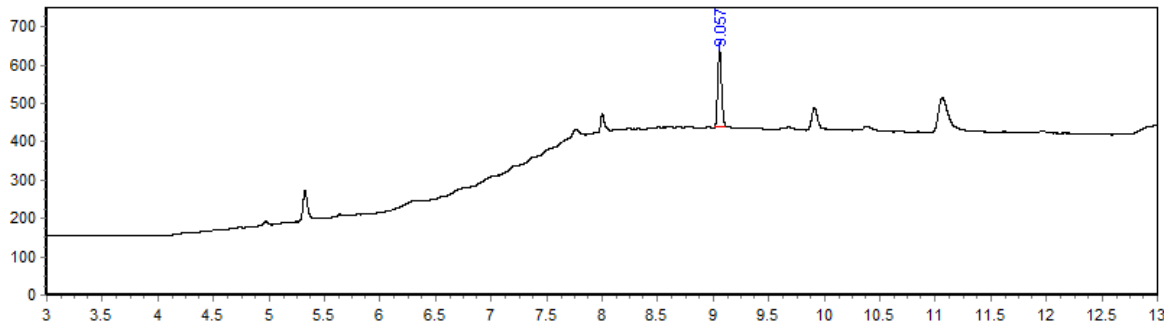


图 1. 稻瘟灵标准品 50µg/L 图谱

峰名称	保留时间	峰高	峰面积	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
	min	Hz	Hz*s	%		(EP)
稻瘟灵	9.057	203.37	485.40	100	1.158	329416

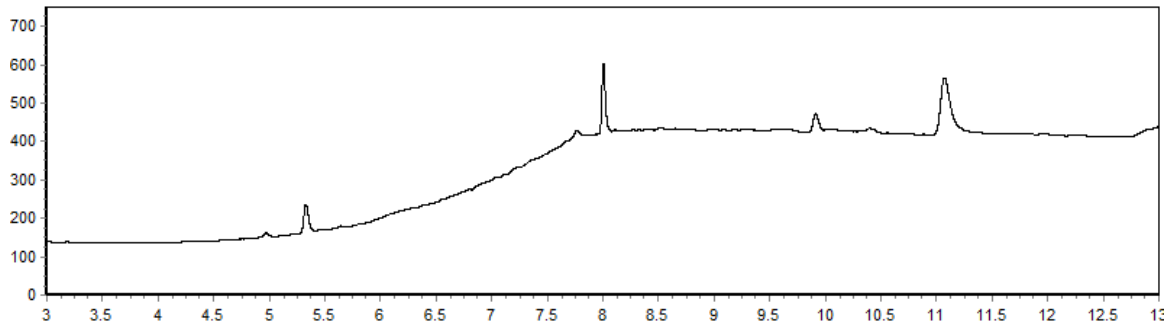


图 2. 蜂蜜样品空白图谱

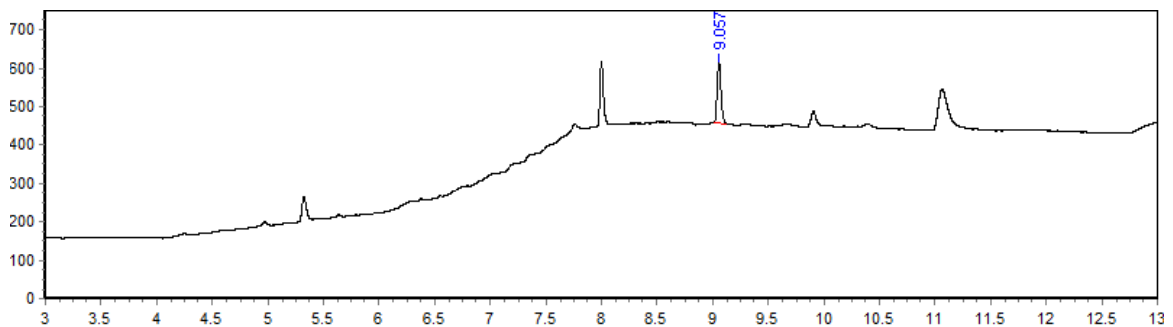


图 3. 蜂蜜样品加标 50ng/g 图谱

表 1. 加标回收率表

样品名称	加标水平 µg/kg	平均回收率%	RSD %
蜂蜜	50	80.89	0.79

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

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20009	SPE 小柱	Welchrom®BRP ,60mg/3mL 50pk
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
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
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
03907-32001	气相色谱柱	WM-1701 30m*0.32mm*0.25um
	稻瘟灵标准品	CAS.50512-35-1

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