

## 蜂蜜中氟胺氰菊酯残留量的测定 农业部 781 号公告-9-2006

### 1、适用范围

适用于蜂蜜中氟胺氰菊酯的测定

参考标准：《农业部 781 号公告-9-2006 蜂蜜中氟胺氰菊酯残留量的测定 气相色谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：称取适量氟胺氰菊酯标准物质，用适量正己烷溶解，浓度为 5mg/mL。
- 2) 标准中间液：准确移取 0.2mL 氟胺氰菊酯标准储备液，用正己烷定容至 10mL，浓度为 100mg/L。
- 3) 标准工作液：准确移取 0.1mL 氟胺氰菊酯标准中间液，用正己烷定容至 10mL，浓度为 1mg/L。
- 4) 正己烷-二氯甲烷（1:1，体积比）：量取等量的正己烷和二氯甲烷混合。

### 3、提取步骤

试样称取  $5g \pm 0.05g$ ，加入 5mL 水和 6mL 丙酮，涡旋混匀 1min，然后加入 20ml 正己烷-二氯甲烷(1:1) 提取液，涡旋混匀 3 min。3000 rpm 离心 5 min,将上层有机相转入 100ml 浓缩瓶中。再用 6ml 丙酮和 20ml 正己烷-二氯甲烷（1:1）提取液重复提取一次，合并提取液于 100ml 浓缩瓶中，在旋转蒸发器上 35℃ 浓缩至干，加入 2mL 正己烷溶解残渣待净化。

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：500 mg/6mL。

活化：3ml 丙酮、5ml 正己烷，弃去流出液

上样：待净化液全部上样，弃去流出液

淋洗：2ml 正己烷，弃去流出液

洗脱：加入 5ml 正己烷-二氯甲烷（1:1）溶液洗脱，收集流出液于 15mL 离心管中

复溶：50℃氮吹至近干后，用正己烷溶解残渣定容至 1.0ml，过 0.22 μm 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 200μL 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 40μg/kg。最终定容到 1mL，

机读数为 200μg/L。

2) SPE 净化过程中，淋洗液可润洗鸡心瓶后并入 SPE 小柱。

## 6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	280℃
检测器 (ECD) 温度	300℃
载气	N <sub>2</sub>
进样方式	不分流进样, 1min 后开阀
载气流量	1.0 mL/min
进样量	1μL
升温程序	120℃保持 1min, 20℃/min 升到 200℃, 保持 3min, 30℃/min 升到 260℃, 保持 8min; 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

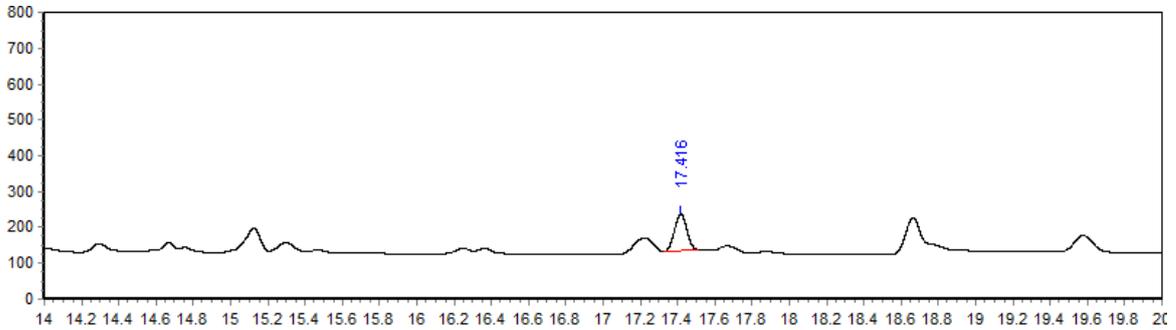


图 1. 氟胺氰菊酯标准品 200µg/L 图谱

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)
氟胺氰菊酯	17.416	102.12	468.90	100	1.015	315546

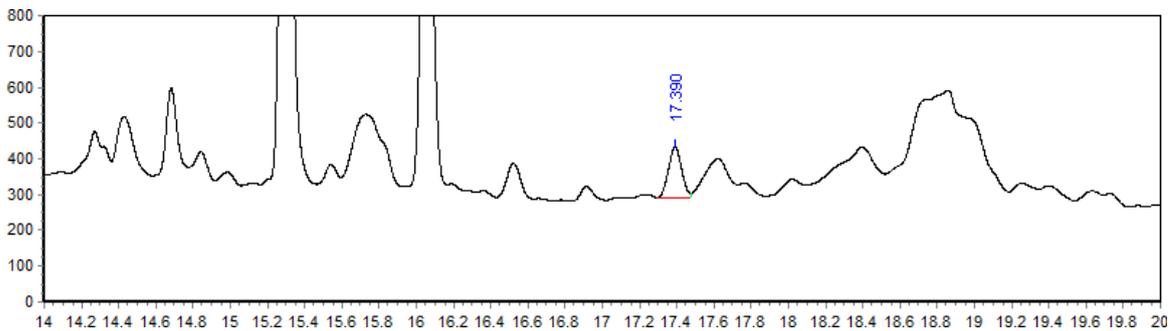


图 2. 蜂蜜样品空白图谱

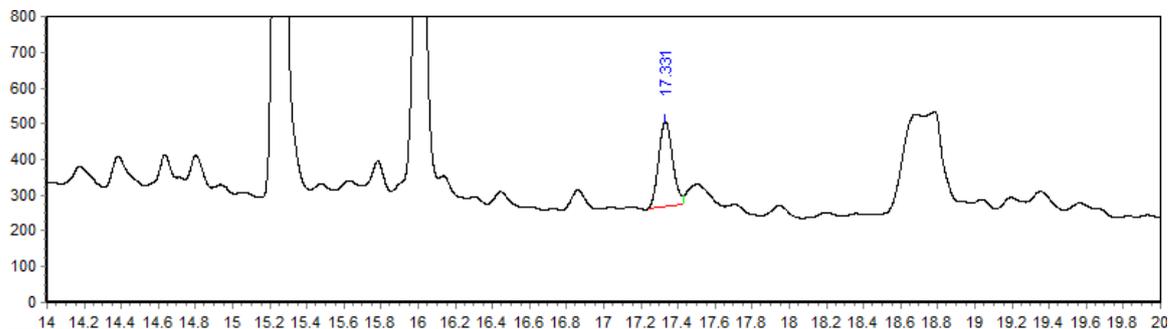


图 3. 蜂蜜样品加标 40ng/g 图谱

表 1. 加标回收率表

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

样品名称	加标水平 $\mu\text{g}/\text{kg}$	平均回收率%	RSD %
蜂蜜	40	117.43	0.24

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20006	SPE 小柱	Welchrom® BRP ,500mg/6mL ,30pk
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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30.0m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 $\mu\text{m}$
	氟胺氰菊酯标准品	CAS.102851-06-9

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