

食品中哒螨灵残留量的测定 SN/T2432-2010

1、适用范围

适用于食品中哒螨灵残留量的测定（本实验样品采用菠菜）

参考标准《SN/T 2432-2010 进出口食品中哒螨灵残留量的检测方法》

2、溶液的配制

- 1) 准储备液：用正己烷稀释并定容，浓度为 10 μ g/mL。
- 2) 标准工作液：准确移取 1mL 标准储备液，用乙酸乙酯稀释至 10mL，浓度为 1 μ g/mL。
- 3) 乙酸乙酯-环己烷（1-1）：量取 2L 乙酸乙酯，2L 环己烷，混匀。

3、提取步骤

样品制备：用搅拌机搅碎后，冷冻保存，需要时再解冻。

称取 10g(精确到 0.01 g)均匀试样,置于 50 mL 具塞离心管中,加入 20 mL 乙酸乙酯-环己烷(1-1),涡旋,超声 10min,离心 3 min (4000r/min),收集上层有机相;残留物再用 20 mL 乙酸乙酯-环己烷混合溶剂重复提取一次,合并上层有机相,收集于 100mL 鸡心瓶中,于 35°C 水浴中旋转浓缩至近干,用乙酸乙酯-环己烷溶解残渣,并定容至 10mL,待凝胶色谱净化。

4、SPE 净化步骤

4.1、凝胶渗透色谱净化步骤:

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

GPC 仪器型号	月旭 GPC-1600 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25×400mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）
流速	5.0 mL/min
进样量	5.0mL
收集时间	15-25min



将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-环己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 15-25min 流分，将其旋转蒸发至干，加入 1mL 乙酸乙酯溶解残渣，待上机检测。。

5、注意事项

1) 加标水平: 10g 样品中加入 0.2mL 1 μ g/mL 标准贮备液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.02mg/kg，

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

最终机度数为 0.1 μ g/mL。

- 2) 对应的标是选择过程空白定容的标，不然的话回收率会偏大。
- 3) 过 GPC 前最好过滤，防止 GPC 管道堵塞

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 50 $^{\circ}$ C，保持 1min；以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 200 $^{\circ}$ C，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	1mL/min
进样量	1 μ 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	270 $^{\circ}$ C
离子源温度	250 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
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:321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

7、色谱图或者加标回收率结果

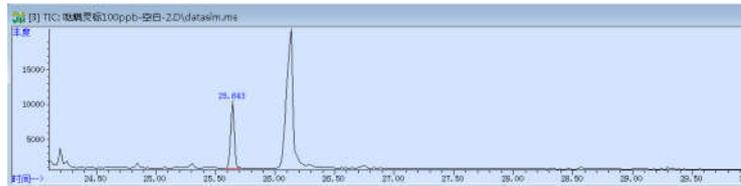


图 1. 哒螨灵 0.1 μ g/mL 图谱

物质	保留时间	峰宽	面积	开始时间	结束时间
哒螨灵	25.643	0.035	206689	25.586	25.718

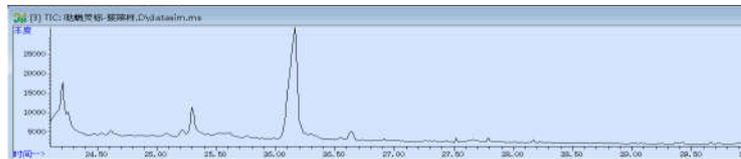


图 2 菠菜样品空白图谱

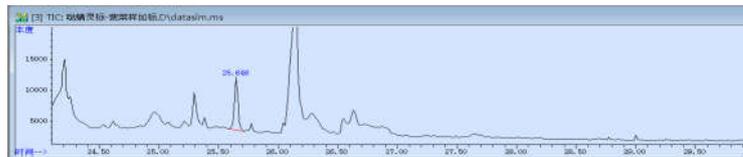


图 3. 菠菜样品加标 0.02mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
哒螨灵	0.02mg/kg	100%	1.22%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱, 规格 25 \times 400mm
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

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

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
00826-P093S01M ANVC	哒螨灵(达螨酮)标准品	CAS No.:96489-71-3,1000μg/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:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com