

柑橘中稻瘟灵的测定 SN/T2229-2008

1、适用范围

适用于柑橘、苹果、菠菜中稻瘟灵的测定（该实验选用基质为柑橘）

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) 正己烷-丙酮（8:2，体积比）：量取 80mL 正己烷，20mL 丙酮，混匀。
- 4) 正己烷-丙酮（2:1，体积比）：量取 100mL 正己烷，50mL 丙酮，混匀。

3、提取步骤

称取试样 5g（样品预先搅碎、混匀）于 50 mL 离心管中，加入 10g 无水硫酸钠和 20mL 正己烷-丙酮溶液（2:1），用均质器以 12000r/min 均质 2min，6000 r/min 离心 5 min。将上清液通过装有无水硫酸钠的滤纸过滤脱水于 100 mL 浓缩瓶中。再用 20 mL 正己烷-丙酮溶液（2:1）重复提取一次，合并提取液于 100 mL 浓缩瓶中，45℃旋转浓缩至干，加入 5mL 正己烷溶解残渣待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Carb，规格：1000mg/6mL；月旭 Welchrom® Florisil PR，规格：1000 mg/6mL。

活化：3mL 丙酮，5mL 正己烷，弃去；

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

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：石墨炭黑柱柱与弗罗里硅土柱串接，加入 10ml 正己烷-丙酮（8:2）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℃氮吹至干，准确加入 1mL 正己烷溶解残渣，过 0.22μm 有机系滤膜后上 GC 检测。

5、注意事项

1) 加标水平：

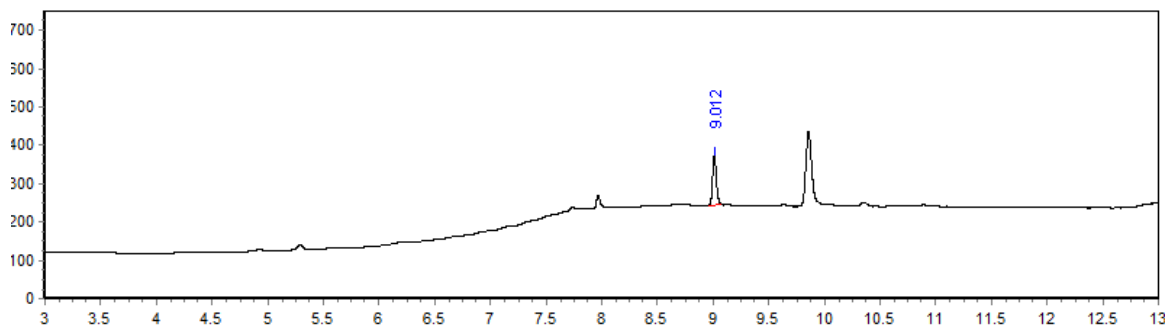
5g 样中，添加 50μL 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 10μg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 50μg/L。

2) SPE 净化过程中，上样后可用正己烷润洗鸡心瓶后并入 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; |

7、色谱图或者加标回收率结果



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

图 1. 稻瘟灵标准品 50 μ g/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 | 9.012 | 129.04 | 305.62 | 100 | 1.160 | 340511 |

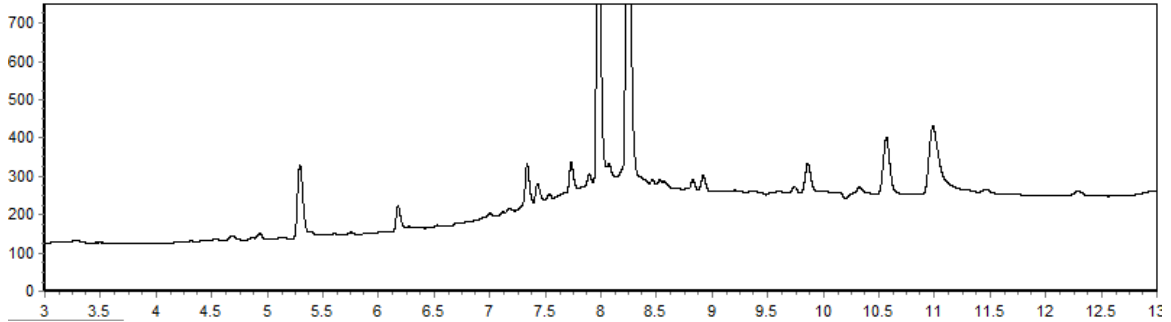


图 2.柑橘样品空白图谱

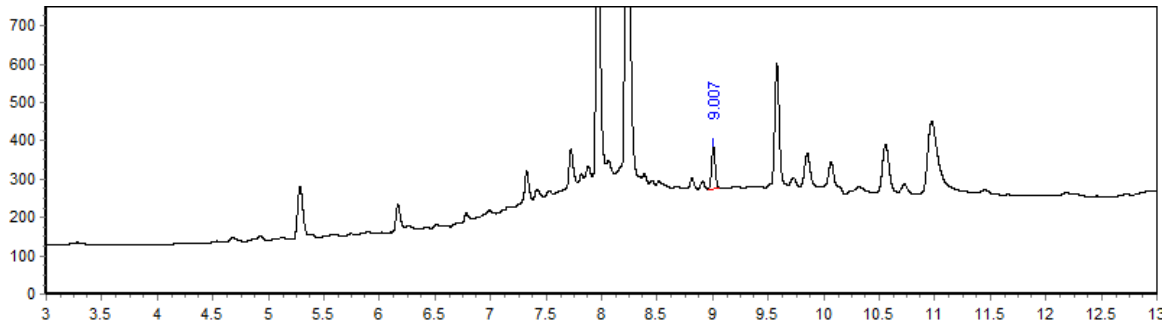


图 3. 柑橘样品加标 10ng/g 图谱

表 1.加标回收率表

| 样品名称 | 加标水平 μ g/kg | 平均回收率% | RSD % |
|------|-----------------|--------|-------|
| 柑橘 | 10 | 83.79 | 1.18 |

8、相关产品信息

| 货号 | 名称 | 规格 |
|-------------|--------------|--|
| 00517-20007 | SPE 小柱 | Welchrom®Carb 1000mg/6mL 30pk |
| 00516-20007 | SPE 小柱 | Welchrom®Florisil PR 1000mg/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 |

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 |
| 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