

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 0.22 μ m 有机系滤膜后上 GC 检测。

5、注意事项

1) 加标水平：

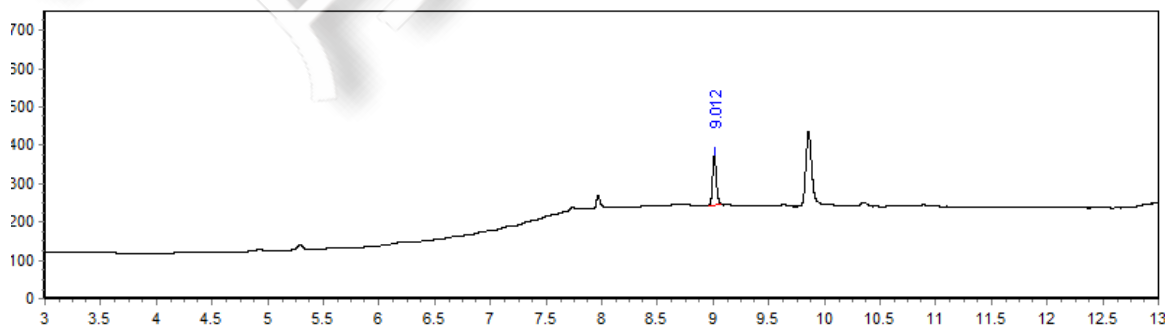
5g 样中，添加 50 μ L 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 10 μ g/kg。最终定容到 1mL，机读数为 50 μ g/L。

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 \times 0.32mm \times 0.25 μ m
进样口温度	260 $^{\circ}$ C
检测器 (ECD) 温度	350 $^{\circ}$ C
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	1 μ L
升温程序	150 $^{\circ}$ C 保持 4min, 30 $^{\circ}$ C/min 升到 260 $^{\circ}$ C, 保持 5min, 20 $^{\circ}$ C/min 升到 270 $^{\circ}$ C, 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

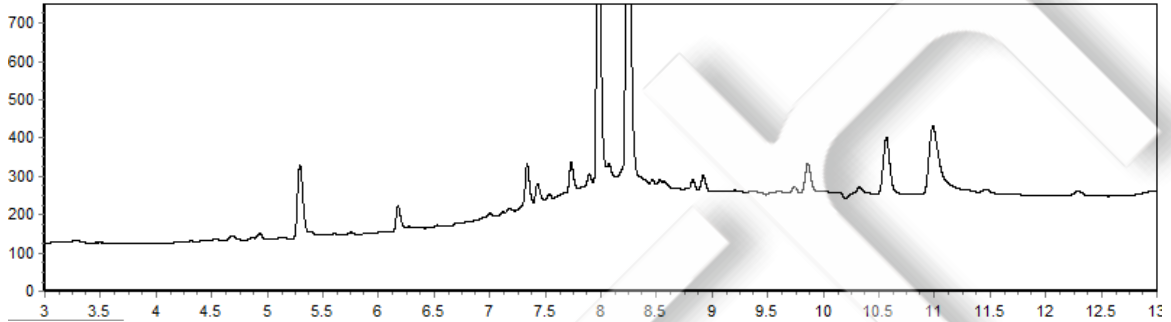


图 2. 柑橘样品空白图谱

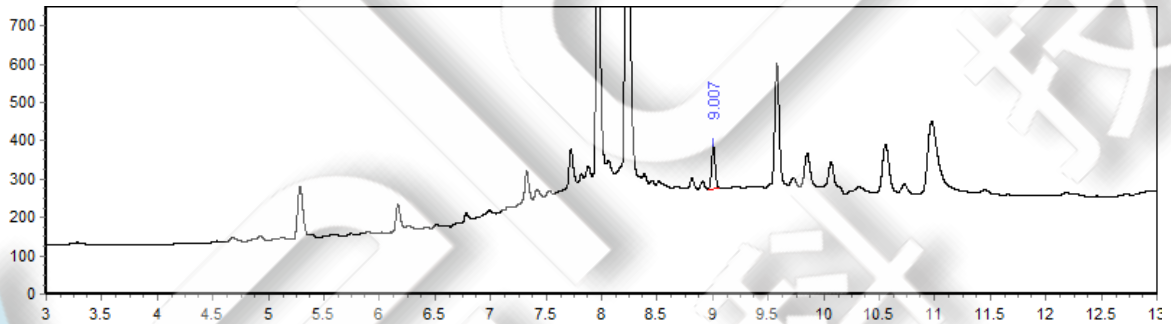


图 3. 柑橘样品加标 10ng/g 图谱

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