

大米中氯虫苯甲酰胺残留量的测定 DB34/T 2407-2015

1、适用范围

本标准规定了大米中氯虫苯甲酰胺残留量测定的高效液相色谱法。

参考标准：《DB34/T 2407-2015 大米中氯虫苯甲酰胺残留量的测定》

2、溶液的配制

1. 50%乙腈水：50mL 乙腈+50mL 水。
2. 标准工作液：取 1mL 氯虫苯甲酰胺标准对照品(100 μ g/mL)用 50%乙腈水定容至 10mL,浓度为 10 μ g/mL。
3. 2mol/L 盐酸溶液：取 1.65mL 盐酸，加水定容至 10mL。
4. 石油醚+丙酮（1+1）混合液：50mL 石油醚+50mL 丙酮。

3、提取步骤

称取试样 5.00g，置于 50mL 离心管中，加入 2mL 盐酸溶液，4mL 水浸泡 20min,再加 15mL 乙腈超声提取 1h，加入 2.0g 氯化钠，2.0g 无水硫酸镁，混匀，4000rpm 离心 5min,取上层乙腈层，在残渣中再次加入 10mL 乙腈，重复提取一次，合并提取液，40 $^{\circ}$ C 旋蒸至干，加入 2mL 石油醚丙酮混合液，超声复溶，再加入 2mL 石油醚丙酮混合液润洗一次，合并复溶液，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Alumina-N，规格：1000mg/6mL

活化：5mL 石油醚丙酮混合液，弃去；

上样：待净化液全部过柱，接收；

洗脱：10mL 石油醚丙酮混合液，压干，接收。

洗脱液在 40℃ 下氮吹至干，准确加入 1mL50%乙腈水，超声涡旋溶解，过 0.22μm 有机微孔滤膜，待测。

5、注意事项

加标水平：在 5.00g 样中加入 20μL 10μg/mL 氯虫苯甲酰胺标准工作液，加标水平 0.04mg/kg，机读数为 0.2mg/L

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18,4.6×250mm, 5μm

流动相：A：水 B：乙腈（等度 A:B=50:50）

流速：0.800mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：220nm

7、色谱图和加标回收率

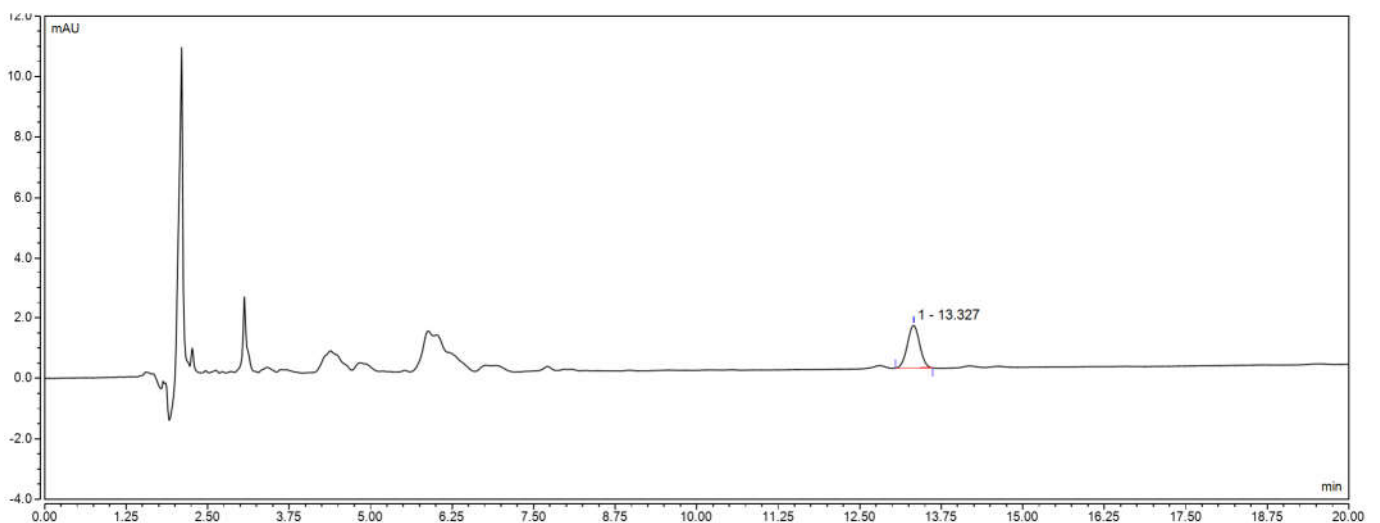


图 1. 氯虫苯甲酰胺 0.2μg/mL 标准图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰	拖尾因子	分离度	塔板数
-----	------	-----	----	-----	------	-----	-----

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

				面积			
	min	mAU*min	mAU	%		EP	EP
氯虫苯甲酰胺	13.327	0.3092	1.41	100	1.02	n.a	23496

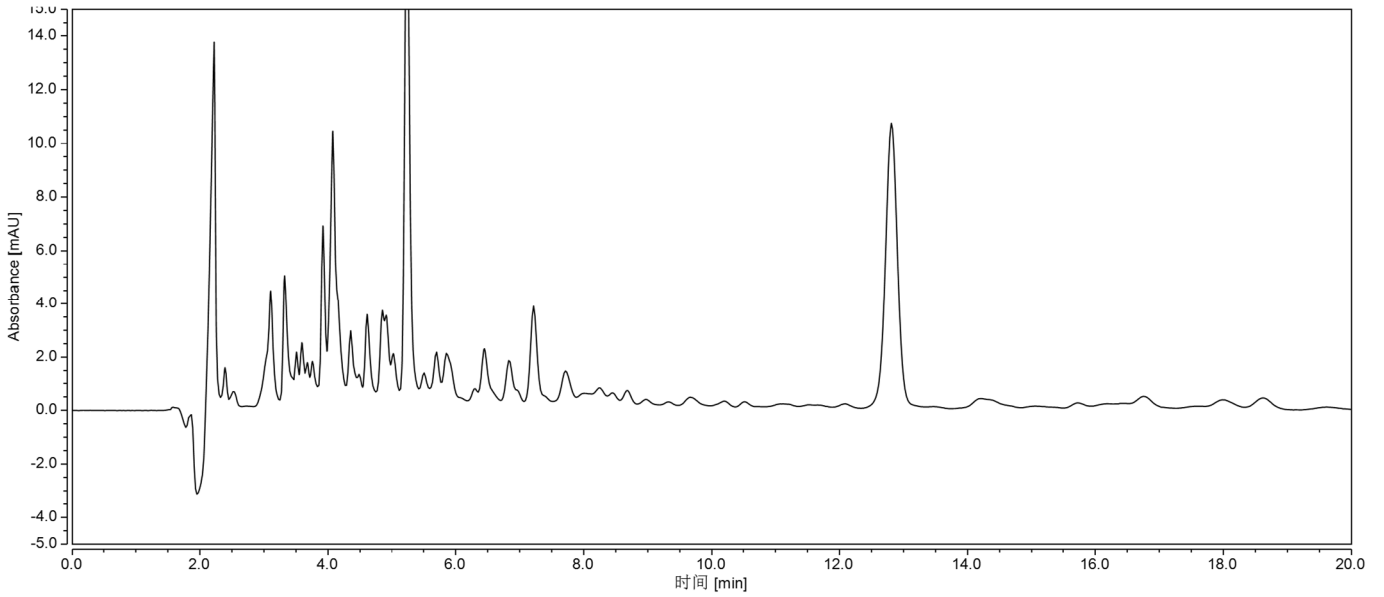


图 2. 大米空白样过柱图谱

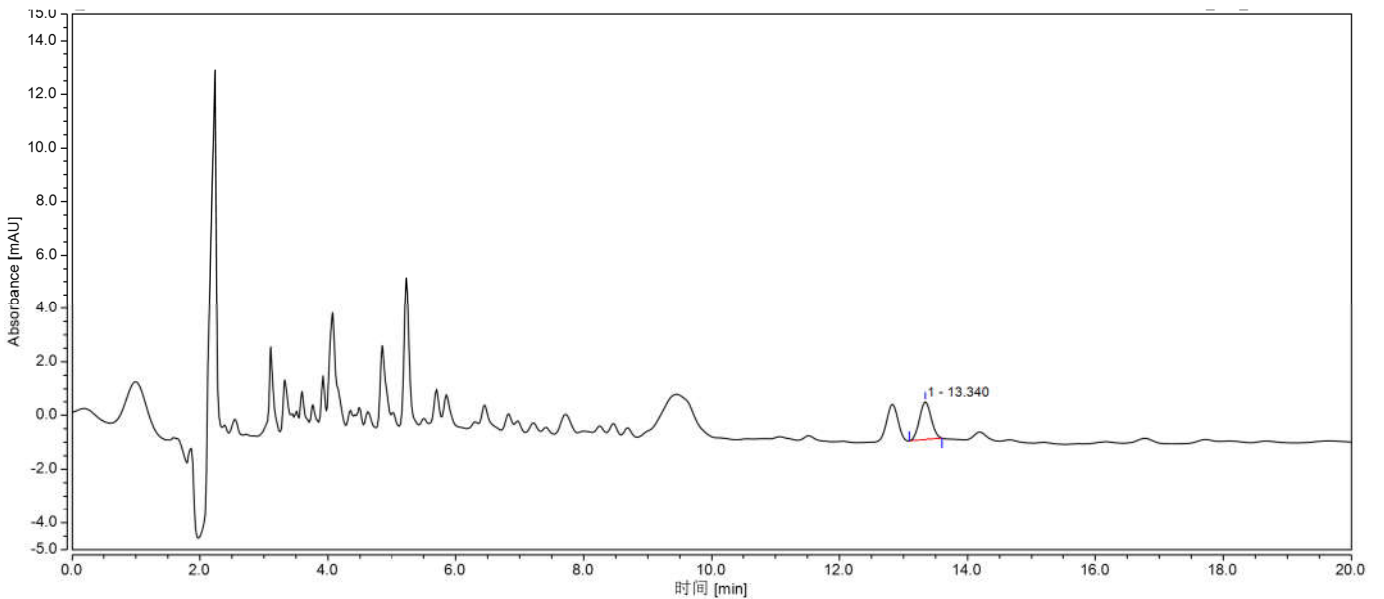


图 3. 大米样加标 0.04mg/kg 图谱

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

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
氯虫苯甲酰胺	0.04	94.39	2.01

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00518-20007	SPE 小柱	Welchrom® Alumina-N,1000mg/6ml,30pk
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
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate®XB-C18,4.6×250mm,5μm
	氯虫苯甲酰胺	CAS:500008-45-7, 100mg

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