

食品中丙炔氟草胺残留量的测定 GB23200.31-2016

1、适用范围

适用于食品中丙炔氟草胺残留量的测定（本实验采用大米为样品）

参考标准：《GB23200.31-2016 食品安全国家标准 食品中丙炔氟草胺残留量的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准工作液 10 μ g/mL：准确移取 1mL 标准贮备液，用乙腈稀释并定容至 10mL，冷藏保存。
- 2) 乙腈-甲苯（3+1）：量取乙腈 300mL，甲苯 100mL，混匀。

3、提取步骤

称取 5g 样，加入 15mL 乙腈,涡旋超声 10min，离心 6000r/min（3min）,移取上清液至另一离心管中，再用 15mL,10mL 乙腈再提取两次，合并三次上清液，加入 5mL 乙腈饱和正己烷，弃去正己烷层，倒入鸡心瓶中置于 45 $^{\circ}$ C 水浴减压至近干，加入 2mL 乙腈：甲苯（3:1）待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] NH₂ 规格：500mg/3mL。

活化：10mL 乙腈-甲苯（3:1），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，收集

洗脱：15mL 乙腈-甲苯（3:1），收集于 50mL 离心管中，并压干。

复溶：45°C氮吹干，用 1mL 甲苯复溶，待检测。

5、注意事项

1) 加标水平: 5g 样中加入 0.01mL 和 0.1 mL 10 μ g/mL, 最后定容至 1mL, 该加标水平为 0.02 mg/kg 和 0.2mg/kg , 机读数分别为 0.1 μ g/mL,1 μ g/mL。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25 μ m
进样口温度	320°C
升温程序	60°C, 保持 2min; 以 15°C/min 升温至 300°C, 保持 10min
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	无分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	2 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	300°C
离子源温度	230°C

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

四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
选择监测离子 (m/z)	259,287,325,354
溶剂延迟	5min

7、色谱图或者加标回收率结果

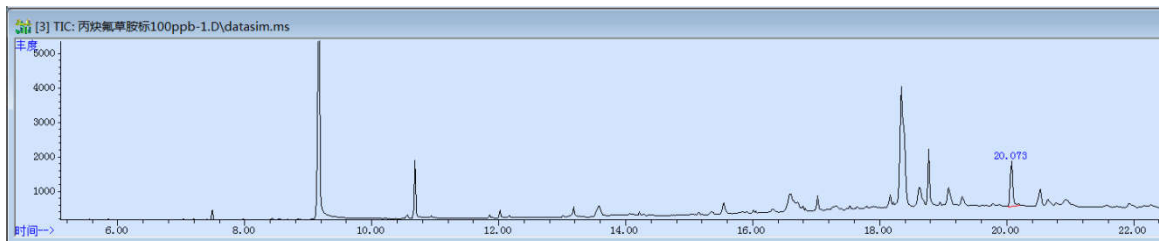


图 1 丙炔氟草胺标准品 0.1µg/mL 图谱

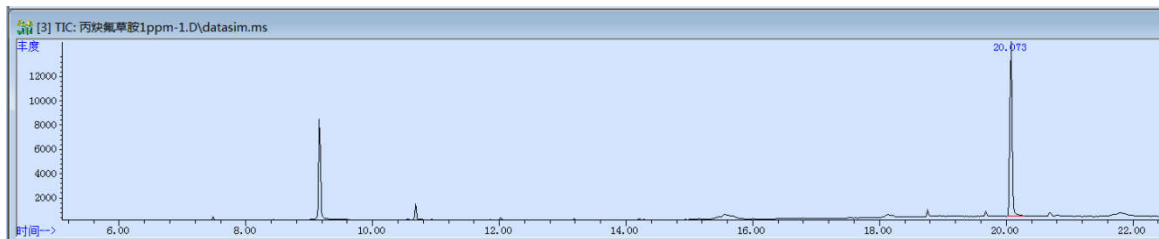


图 2 丙炔氟草胺标准品 1µg/mL 图谱

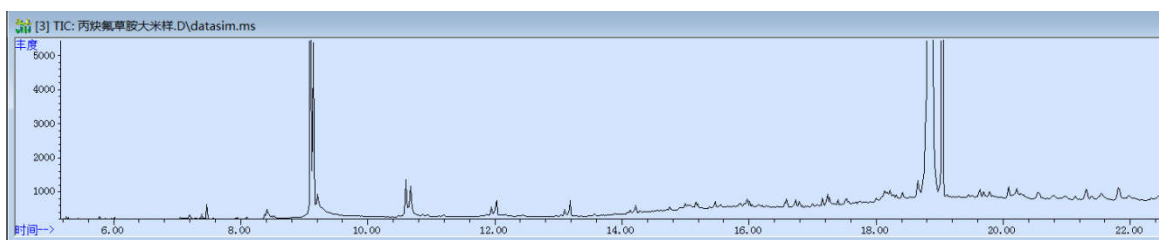


图 3 大米样过柱图谱

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

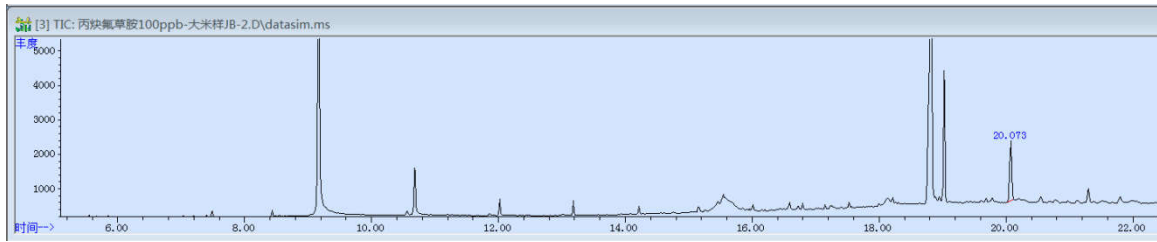


图 4 .大米样加标 0.02mg/kg 过柱图谱

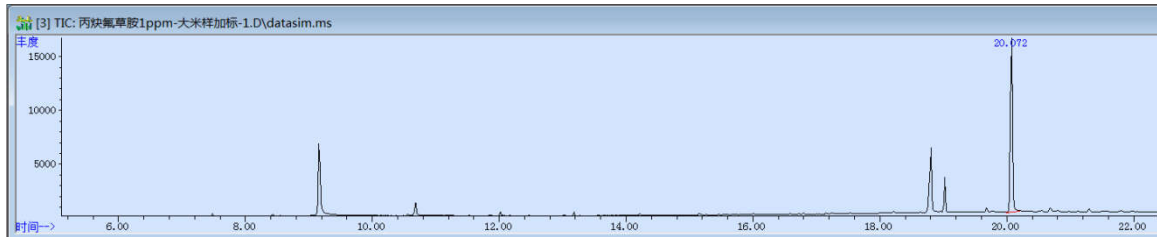


图 5 .大米样加标 0.2mg/kg 过柱图谱

表 2. 回收表

基质	加标水平	平均回收率%	RSD %
大米	0.02 mg/kg	104.60%	6.79%
	0.2 mg/kg	98.84%	4.05%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00509-11005	SPE 小柱	Welchrom [®] NH ₂ ,500mg/3ml,50pk
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
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

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

03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25 μ m
CDAA-S-440022- TA-1ml	丙炔氟草胺标准品	CAS 号[103361-09-7], 100mg/L 于丙酮, 1ml/瓶

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