

食品中四螨嗪残留量的测定

1、适用范围

适用于食品中四螨嗪残留量的气相色谱-质谱检测方法。（本实验样品为苹果）

参考标准《GB23200.47-2016 食品安全国家标准 食品中四螨嗪残留量的测定》

2、溶液的配制

1) 标准贮备液：分别精密称取四螨嗪标准品 1mg，于 10mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 0.1mg/mL 的标准贮备液，避光于 0-4℃保存，保存期为 6 个月。

2) 标准工作液：分别准确移取四螨嗪标准贮备液 1mL，用丙酮稀释至 10mL，配置成 10µg/mL 的混合标准工作液，避光于 0-4℃保存，保存期为 1 个月。

3) 乙腈-甲苯（3-1）：将 90mL 乙腈与 30mL 甲醇，混匀备用。

3、提取步骤

称取 5g 样品于 50mL 离心管中，加入 10mL 乙腈，涡旋 2min，加入 1-2g 氯化钠，再涡旋 30s，离心 3min（8000r/min），使乙腈和水相分层。用移液管从离心管中准确移取 5ml 上层乙腈，放入 50ml 旋转蒸发瓶中，40℃真空下旋转浓缩至近干，加入 4ml 乙腈-甲苯（3-1）混匀，待净化。

4、净化步骤

SPE 柱：Welchrom® carb/NH2 净化小柱，500mg/500mg/6mL



活化：5mL 乙腈-甲苯（3-1），弃去

上样：待净化液全部上样，收集于鸡心瓶中；

淋洗：淋洗旋转蒸发瓶两次，每次 4ml 乙腈-甲苯（3-1），收集于鸡心瓶中；

洗脱：15mL 乙腈-甲苯（3-1）洗脱，合并流出液，最后压干小柱。

复溶：40℃旋蒸至干，再用乙腈定容至 2mL 复溶溶解，待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样品中加入 0.02mL 10 μ g/mL 混合标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.04mg/kg，最终机度数为 0.1 μ g/mL。
- 2) 若样品含有水，可在小柱上装无水硫酸钠用于除水。

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	280℃
升温程序	初始温度为 50℃，保持 2min；以 30℃/min 升温至 180℃，保持 1min，再以 10℃/min 升温至 270℃，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	1.2mL/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	280 $^{\circ}$ C
离子源温度	270 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子监测
溶剂延迟	17min

7、色谱图或者加标回收率结果

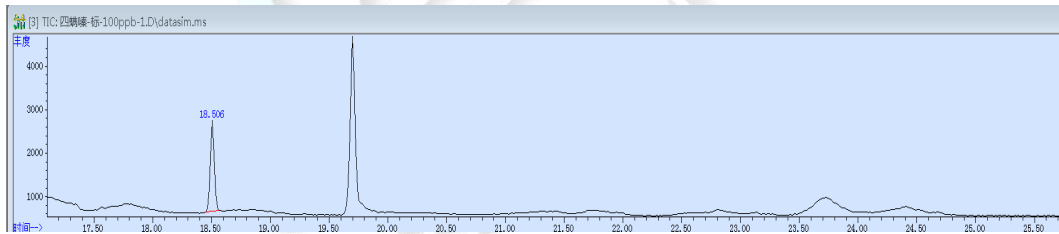


图 1.四螨嗪标 0.1 μ g/mL 图谱

物质	保留时间	峰宽	面积	开始时间	结束时间
四螨嗪	18.509	0.04	49890	18.451	18.563





图 2. 苹果样品空白图谱

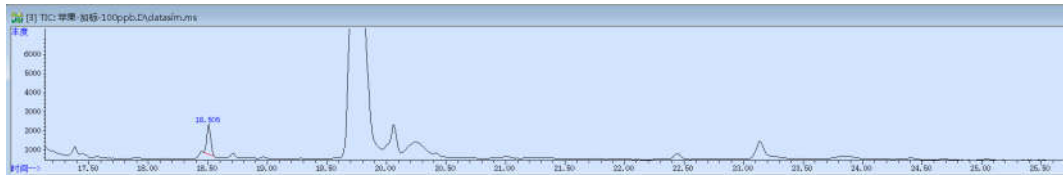


图 3. 苹果样品加标 0.04mg/kg 图谱

表 1. 加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=3)
四螨嗪	0.04mg/kg	92.17%	0.7%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00527-20011	Welchrom SPE 柱	Welchrom Carb/NH ₂ ,500mg/500mg/6ml,30pk
00824-31001	固相萃取装置	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 100 套
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶带书写处 9-425 11.6*32mm 新包装 一级水解玻璃 100 个
03904-22001	气相毛细管柱	WM-5MS 30m*0.25mm*0.25μm
00837-05006	离心管	一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg, 袋装,未灭菌, 50ml, 50/包
	四螨嗪	CAS 号: 74115-24-5

