

1、适用范围

适用于蜂蜜中氟啶虫酰胺的测定。

参考标准：《GB 23200.75-2016 食品安全国家标准 食品中氟啶虫酰胺残留量的检测方法》

2、溶液的配制

氟啶虫酰胺标品储备液：准确称取氟啶虫酰胺标准物质 10mg，用丙酮溶解并定容至 10mL，浓度为 1.0mg/mL。

氟啶虫酰胺标品中间液：准确移取 0.1mL 氟啶虫酰胺标准品储备液，用丙酮定容至 10mL，浓度为 10mg/L。

氟啶虫酰胺标品使用液：准确移取 0.5mL 氟啶虫酰胺标准品中间液，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 0.5mg/L。

3、提取步骤

称取 2g 样品（样品预先混匀）于 15mL 具塞离心管中，加入 3mL 水，0.5g 氯化钠，涡旋混匀 2min，待净化。

4、净化步骤

步骤一：

SPE 柱：Welchrom® Celite AZO，规格：3g/10mL。

活化：3mL 乙酸乙酯，弃去

上样：待净化液全部上样，接收流出液

洗脱：35mL 乙酸乙酯，控制流速为 1mL/min；收集于 50mL 鸡心瓶中，挤干

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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

40℃旋蒸至近干，加入 2mL 乙酸乙酯，待氨基柱净化。

步骤二：

SPE 柱：Welchrom® NH₂，规格：500mg/6mL。（活化前在柱子上加入 0.5g 无水硫酸钠）

活化：3mL 乙酸乙酯，弃去

上样：待净化液全部上样，接收流出液

洗脱：6mL 乙酸乙酯分三次润洗鸡心瓶，洗液并入小柱内，挤干，接收流出液；

40℃氮吹至干，加入 1mL 丙酮溶解残渣，过 0.22μm 滤头后待上机。

5、注意事项

- 1) 加标水平：2g 样中，添加 100μL 0.5mg/L 标准使用液，得到加标水平为 25ng/g。最终定容到 1mL，机读数为 50ng/mL。
- 2) 整个 SPE 净化过程流速不宜过快，控制在 1mL/min 左右

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	320℃
载气	N ₂ ，尾吹气流速：60mL/min。
进样方式	不分流进样
载气流量	2.5mL/min
进样量	2μL
升温程序	80℃保持 1min，15℃/min 升到 240℃，保持 1min；10℃/min 升到 260℃，保持 10min；

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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

7、色谱图或者加标回收率结果

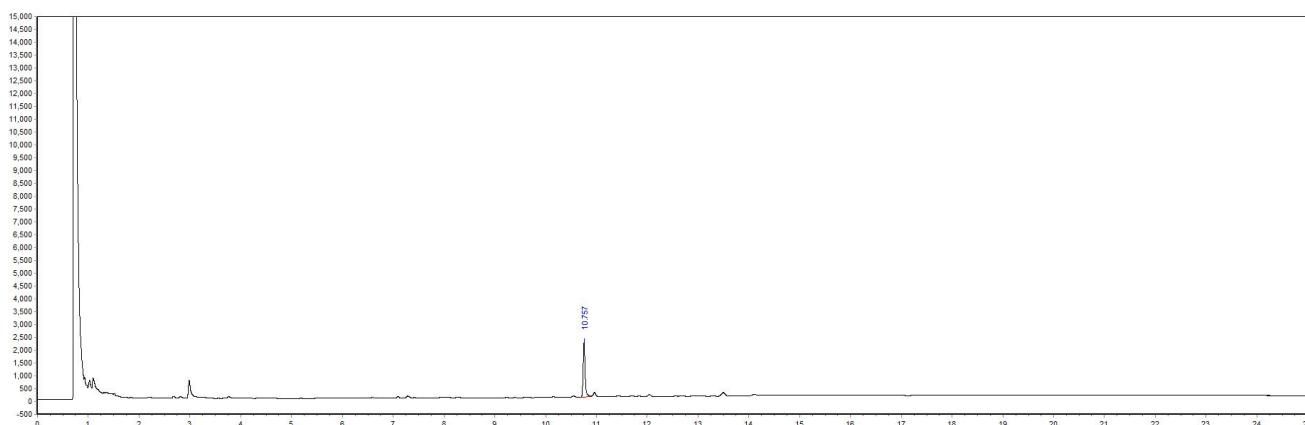


图 1.氟啉虫酰胺标准品 0.05µg/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间 /Min	峰高 /Hz	峰面积 /[Hz*s]	相对峰面积 /%	分离度	塔板数
1	氟啉虫酰胺	10.757	2112.96	5707.13	100	0	406541

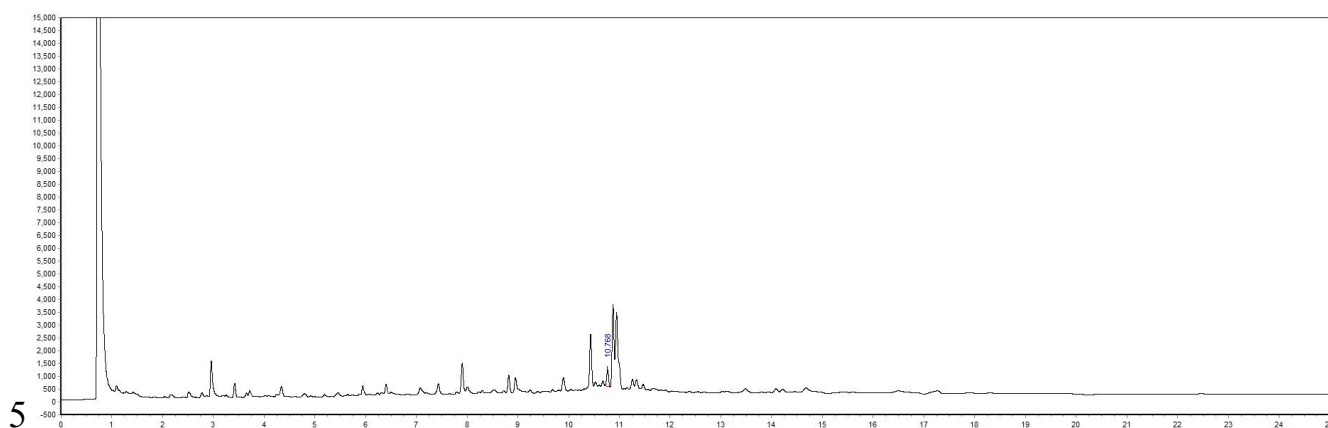
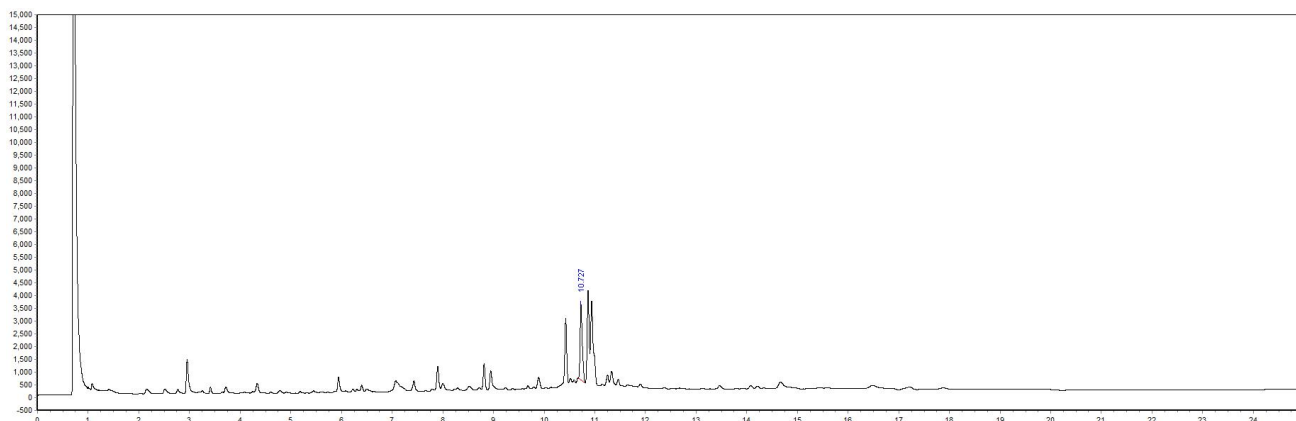


图 2.蜂蜜空白图谱



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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

图 3.蜂蜜加标 25ng/g 图谱

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
氟啶虫酰胺	25	117.75	5.21

8.相关产品信息

货号	名称	规格
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30013	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
03907-32001	气相色谱柱	WM-1701 30m*0.32mm*0.25um
	氟啶虫酰胺标准品	CAS:158-06-2
00567-20100	SPE 小柱	Welchrom® Celite AZO, 3g/12mL, 10pk
00509-11006	SPE 小柱	Welchrom® NH2, 500mg/6mL, 30pk

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com