

1、适用范围

适用于食品中氟啶虫酰胺的测定。（本实验选用番茄酱、大米、茶叶为实验基质）

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

番茄酱：

称取 10g 样品（样品预先混匀）于 50mL 具塞离心管中，加入 15mL 乙酸乙酯，均质提取 1min；另取一只 50mL 离心管，加入 10mL 乙酸乙酯清洗匀浆机刀头，合并均质液。加入 10g 无水硫酸钠，盖好震荡 10min。10000r/min 离心 5min，吸取 10mL 上清液，0℃以下放置 10h，待净化。

大米：

称取 10g 样品（样品预先粉碎、混匀）于 50mL 具塞离心管中，加入 10mL 水，浸泡 20min；再加入 15mL 乙酸乙酯，均质提取 1min；另取一只 50mL 离心管，加入 10mL 乙酸乙酯清洗匀浆机刀头，合并均质液。加入 10g 无水硫酸钠，盖好震荡 10min。10000r/min 离心 5min，吸取 10mL 上清液，0℃以下放置 10h，待净化。

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

茶叶

称取 2g 试样（样品预先粉碎、混匀）于 50mL 离心管中，加 10mL 水浸泡 20min；加入 1g 无水硫酸钠，20mL 乙酸乙酯，震荡提取 10min，10000r/min 离心 5min，上清液待净化；

4、净化步骤

步骤一：

GPC 仪器型号	月旭 GPC-1600 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25×400mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）
流速	5.0 mL /min
进样量	5.0mL
收集时间	17-22min
波长	254nm



将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-环己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 17-22min 流分，将其旋转蒸发至干，加入 2mL 乙酸乙酯充分润洗鸡心瓶。待氨基柱净化。

步骤二：

SPE 柱：Welchrom® NH₂，规格：500mg/6mL。

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(番茄酱、大米): 10g 样中, 添加 500μL 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) 加标水平(茶叶): 2g 样中, 添加 400μL 0.5mg/L 标准使用液, 得到加标水平为 100ng/g。最终

定容到 1mL, 机读数为 50ng/mL;。

3) 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

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

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;

7、色谱图或者加标回收率结果

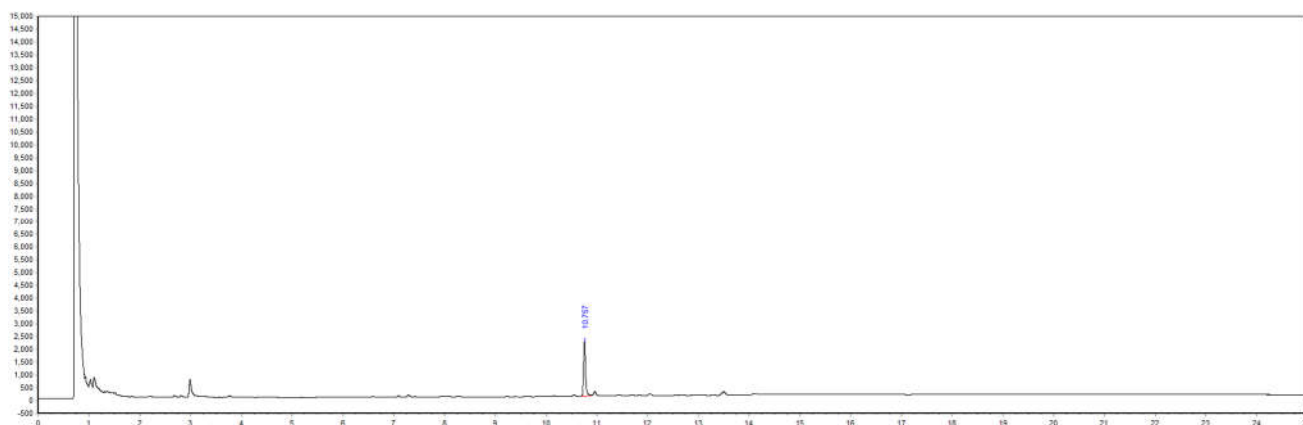


图 1.氟啶虫酰胺标准品 0.05μg/L 图谱

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	氟啶虫酰胺	10.757	2112.96	5707.13	100	0	406541

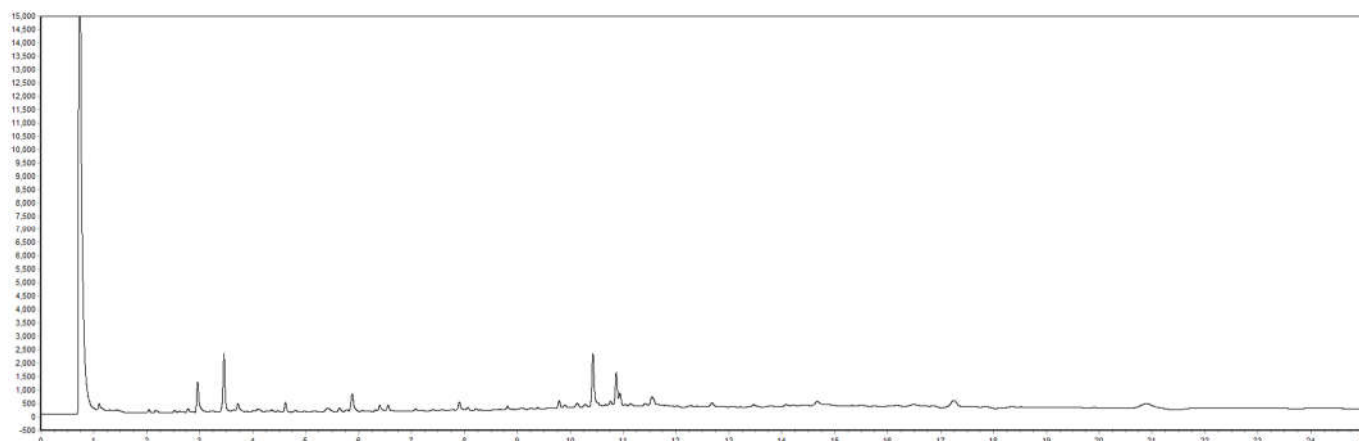


图 2.番茄酱空白图谱

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

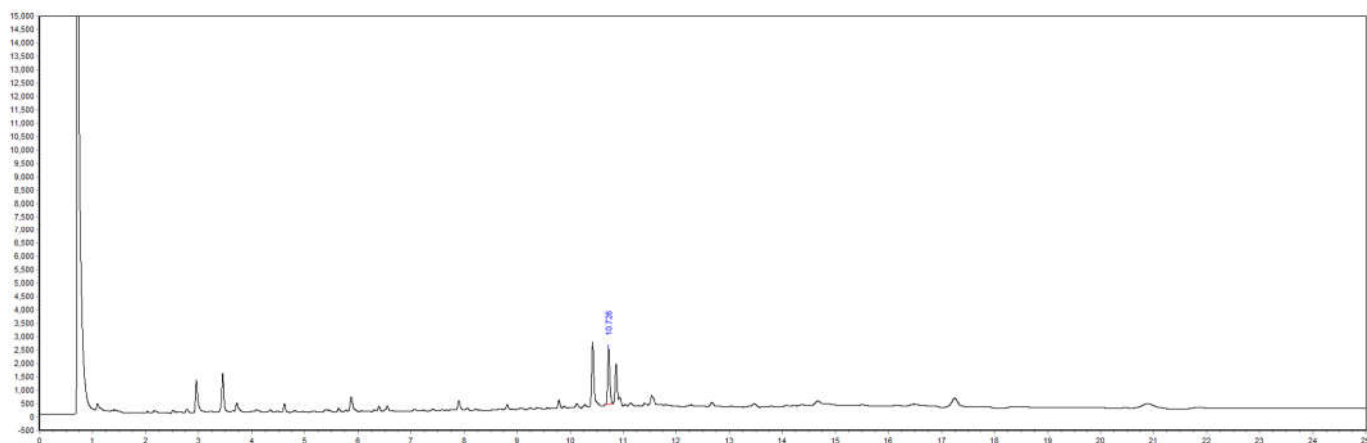


图 3.番茄酱加标 25ng/g 图谱

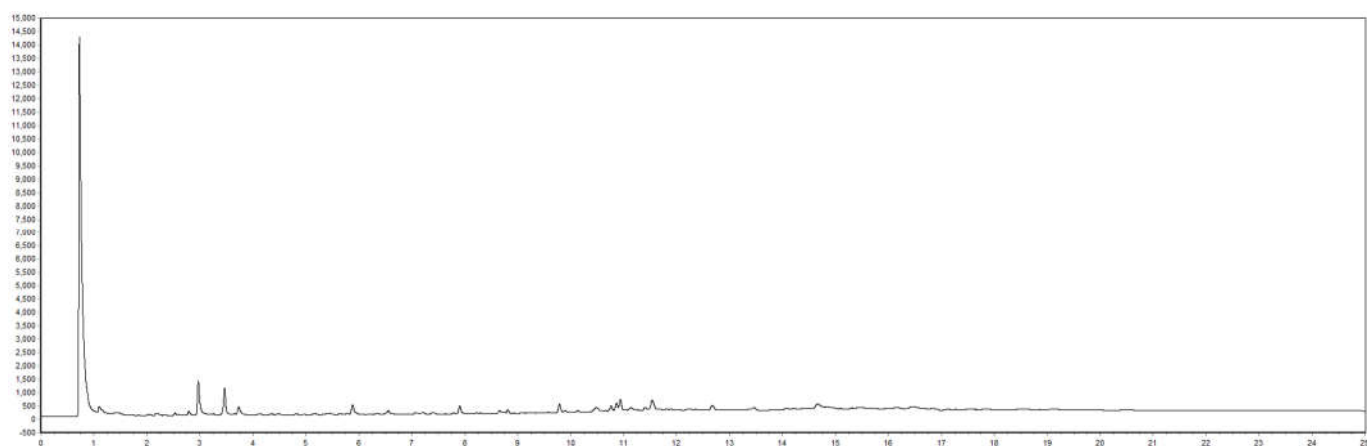


图 4.大米空白图谱

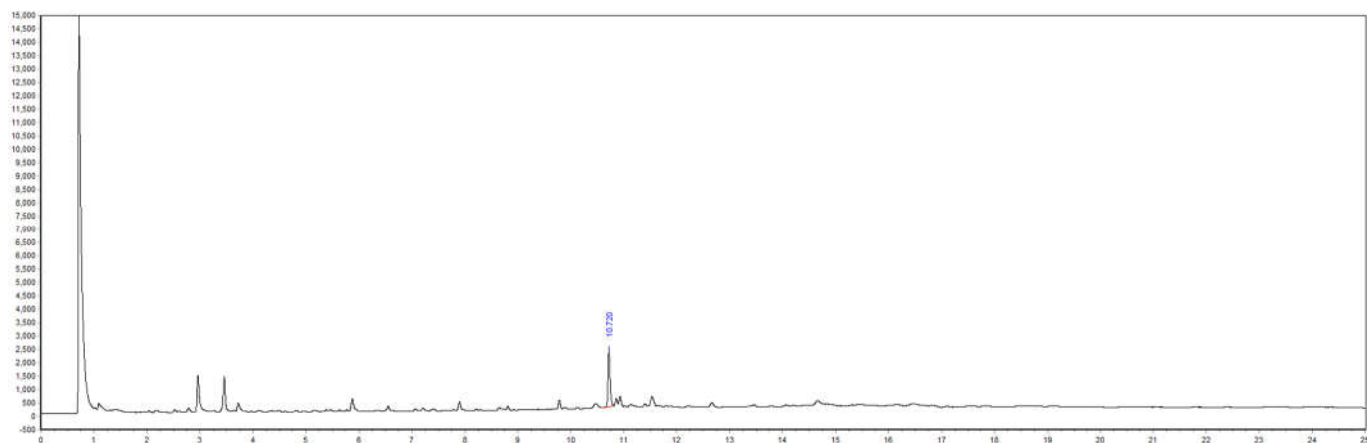


图 5.大米加标 25ng/g 图谱

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

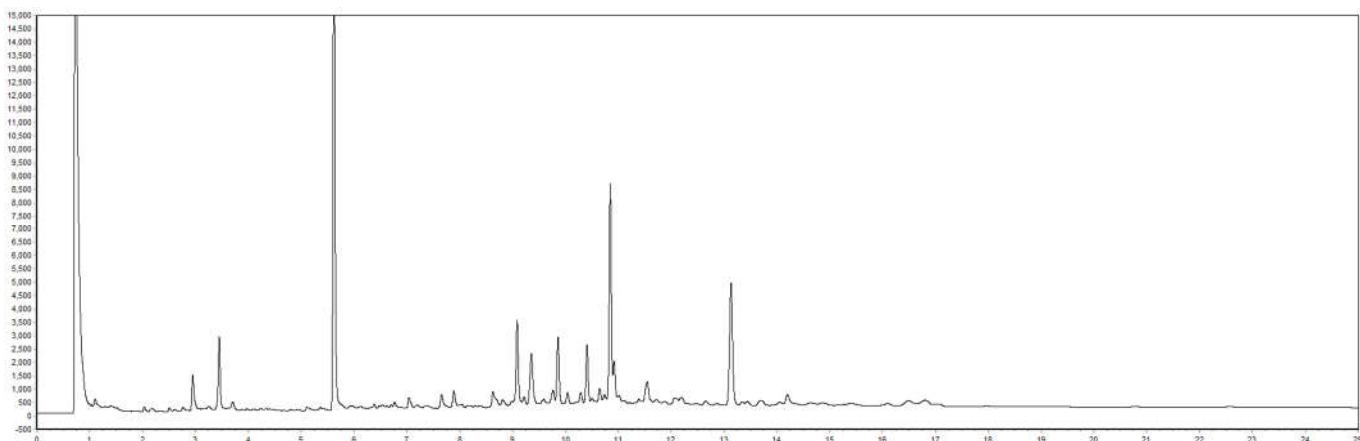


图 6.茶叶空白图谱

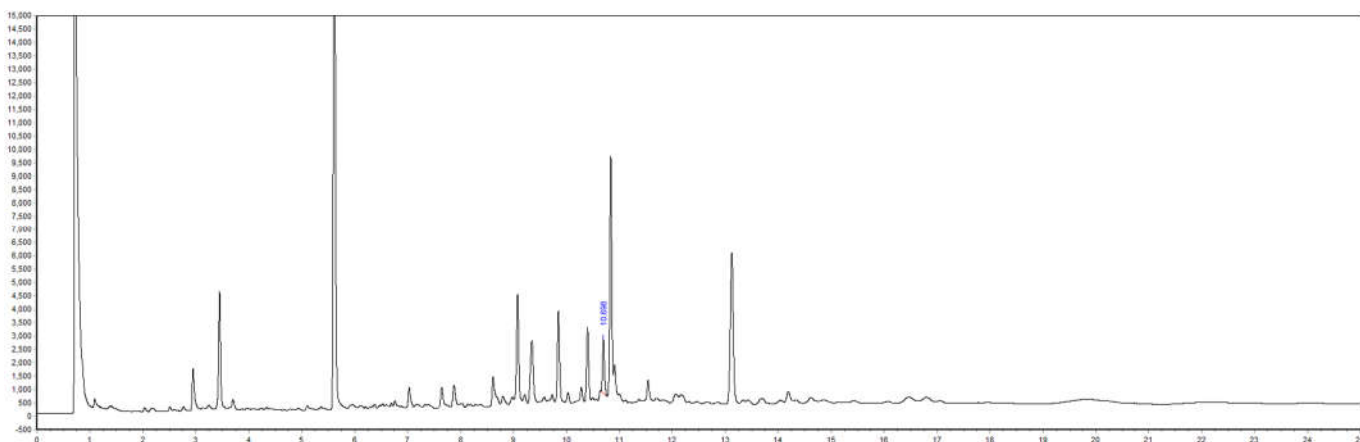


图 7.茶叶加标 100ng/g 图谱

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
番茄酱	25	95.66	1.40
大米	25	97.33	4.24
茶叶	100	85.78	2.05

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

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
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads SX3 400*25mm
00509-11006	氨基柱	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