

## 食品中多效唑残留量的测定 SN/T 1477-2012

### 1、适用范围

本标准适用于出口大米、梨中多效唑残留量的测定。（本实验选用样品为大米和梨）

参考标准：《SN/T 1477-2012 出口食品中多效唑残留量检测方法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：准确称取多效唑用丙酮溶解并定容至 10mL，浓度为 100 $\mu$ g/mL
- 2) 标准工作液：吸取标准储备液 0.1mL 用正己烷溶解并定容至 10mL，浓度为 1 $\mu$ g/mL
- 3) 淋洗液：取 95mL 正己烷加入 5mL 丙酮，超声混匀待用。
- 4) 提取剂：取 20mL 丙酮，加入 80mL 乙酸乙酯，超声混匀待用。

### 3、提取步骤

1) 大米：称取试样 10g（精确至 1mg），于 50mL 具塞离心管中，加入 30mL 丙酮，涡旋混匀，超声提取 10min，4000r/min 离心 3min，吸取澄清液于 50mL 鸡心瓶中，残渣中加入 10mL 丙酮重复提取 2 遍，合并提取液，于 35 $^{\circ}$ C 旋蒸约至近干，加入 2mL 淋洗液，待净化

2) 梨：称取试样 10g（精确至 1mg），于 50mL 具塞离心管中，加入 30mL 提取液，涡旋混匀，超声提取 10min，4000r/min 离心 3min，吸取上清液于 50mL 鸡心瓶中，残渣中加入 10mL 提取剂重复提取 2 遍，合并提取液，于 35 $^{\circ}$ C 旋蒸约至近干，加入 2mL 淋洗液，待净化

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom<sup>®</sup> Florisil PR 规格 2000mg/12mL

活化：10mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，弃去；

淋洗：40mL 淋洗液，弃去；

洗脱：30mL 丙酮，收集流出液于 50mL 鸡心瓶中；

35 $^{\circ}$ C 旋蒸至干，用正己烷溶解残渣定容至 1mL，GC/MS 检测。

## 5、注意事项

加标水平：10g 样中加入 50 $\mu$ L 1 $\mu$ g/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.005mg/kg，最终机度数为 50 $\mu$ g/L。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相条件

色谱柱	WM-5MS,30m $\times$ 0.25mm,0.25 $\mu$ m
进样口温度	280 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 100 $^{\circ}$ C；20 $^{\circ}$ C/min, 升温至 220 $^{\circ}$ C；5 $^{\circ}$ C/min, 升温至 250 $^{\circ}$ C，保持 15min。
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	1 $\mu$ 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	230 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子扫描（SIM）
溶剂延迟	6min

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

## 7、色谱图或者加标回收率结果

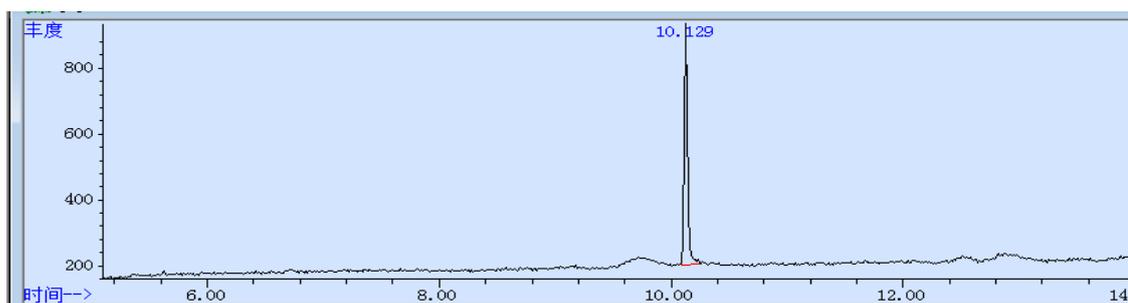


图 1. 多效唑对照品 50µg/L 图谱

峰名称	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
多效唑	10.129	M	0.033	14498	10.086	10.25

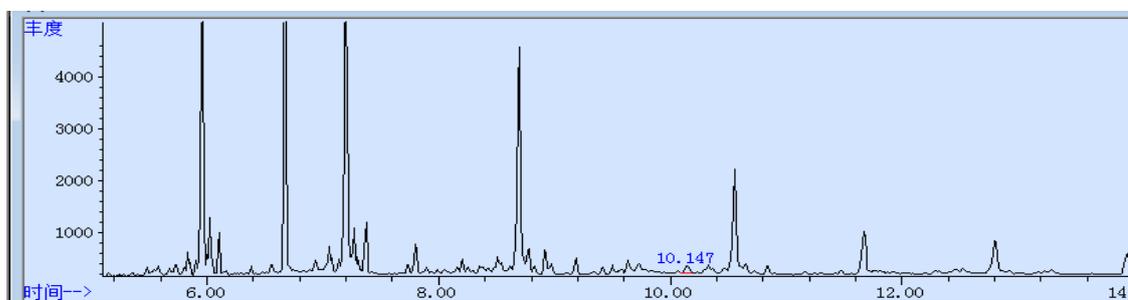


图 2.大米样品空白图谱

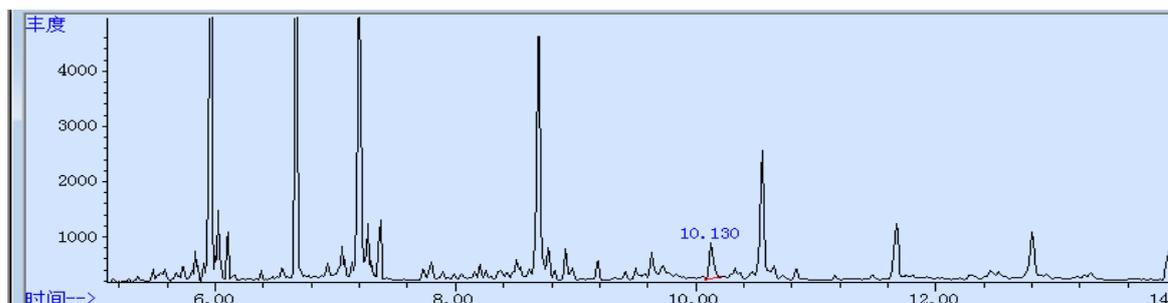


图 3. 大米样加标 0.005mg/kg 图谱

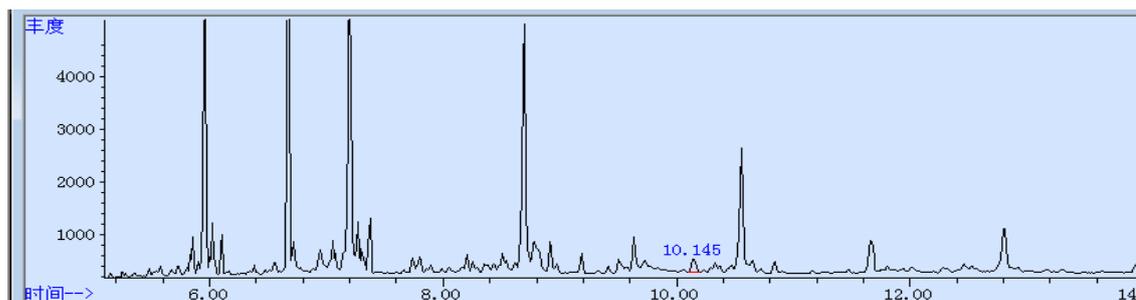


图 4. 梨样品空白图谱

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:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

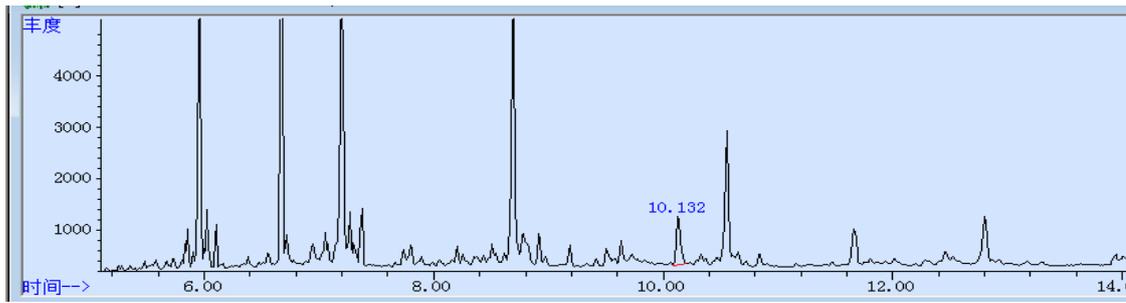


图 5. 梨样加标 0.005mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
大米	0.005	100	0.92
梨	0.005	102%	3.99

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20008	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR, 2g/12mL, 20pk
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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m × 0.25mm, 0.25μm

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