

蜂蜜中溴螨酯、4,4'-二溴二苯甲酮的测定 GB/T18932.10-2002

1、适用范围

适用于蜂蜜中溴螨酯、4,4'-二溴二苯甲酮的测定。（本实验样品为蜂蜜）

参考标准《GB/T 18932.10-2002 蜂蜜中溴螨酯、4,4'-二溴二苯甲酮残留量的测定方法 气相色谱/质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：分别精密称取溴螨酯、4,4'-二溴二苯甲酮标准品 1mg，于 10mL 容量瓶中，用正己烷溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 0.1mg/mL 的标准贮备液，于 4°C 保存。
- 2) 标准工作液：分别准确移取标准贮备液 1mL，用正己烷稀释至 10mL，配置成 10 μ g/mL 的标准工作液，于 4°C 保存。
- 3) 甲醇-水（8-7）：将 80mL 的甲醇与 70mL 的水，混匀备用。

3、提取步骤

样品前处理：若样品无结晶，将其搅拌均匀，待用；若样品含有结晶，在密闭情况下，水浴超声（水温不超过 60°C）使其全部融化，并冷却至室温，待用。

称取 5g 样品于 25mL 玻璃离心管中，加入 15mL 甲醇-水（8-7），涡旋，超声 10min，使试样完全溶解。

4、净化步骤

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

SPE 柱: Welchrom® C18E, 200mg/3mL,

活化: 3mL 甲醇, 3mL 水, 弃去

上样: 待净化液全部上样, 弃去;

淋洗: 10mL 甲醇-水润洗离心管后再淋洗小柱, 弃去并压干。

洗脱: 15mL 正己烷洗脱, 收集于鸡心瓶中, 最后压干。

复溶: 40℃水浴旋蒸浓缩至干, 再用 1mL 正己烷复溶溶解, 待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平: 5g 样品中加入 0.01mL 10 μ g/mL 标准工作液, 定容至 1mL, 因此加标水平为 0.02mg/kg, 最终机度数为 0.1 μ g/mL。
- 2) 过柱时, 需要增加负压, 使其能保证一滴一秒。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m
进样口温度	290℃
升温程序	初始温度为 50℃, 保持 0.5min; 以 20℃/min 升温至 280℃, 保持 5min。
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min
进样量	1 μ L

6.2 质谱条件

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

电离方式	电子轰击电离源 (EI)
电离能量	70eV
传输线温度	280°C
离子源温度	250°C
四极杆温度	150°C
监测方式	m/z341, m/z340, m/z183, m/z261
溶剂延迟	11min

7、色谱图或者加标回收率结果

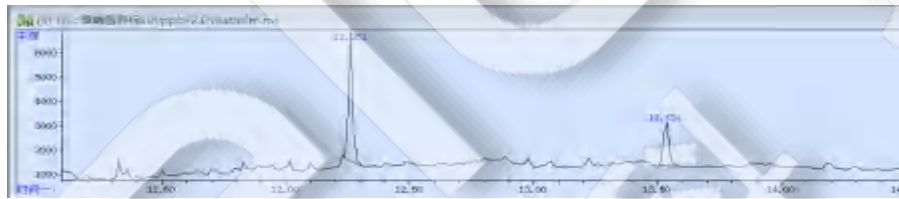


图 1. 4,4'-二溴二苯甲酮、溴螞酯 0.1 μ g/mL 图谱

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
4,4'-二溴二苯甲酮	12.261	M	0.019	61533	12.236	12.309
溴螞酯	13.534	M	0.026	28559	13.501	13.576

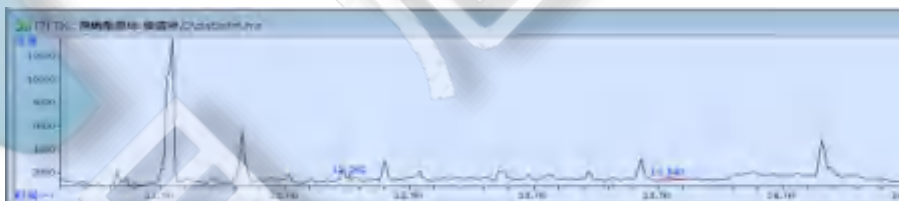


图 2. 蜂蜜样品空白图谱



图 3. 蜂蜜样品加标 0.02mg/kg 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

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=3)
4,4-二溴二苯甲酮	0.02mg/kg	93%	0.30%
溴螨酯		125%	5.20%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00559-11004	SPE 小柱	Welchrom® C18E,200mg/3mL,50pk
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
	溴螨酯标准品	CAS 号: 18181-80-1
	4,4'-二溴二苯甲酮	CAS 号: 3988-03-2

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