

柑桔中噁草酮残留量的测定 GB 23200.25-2016

1、适用范围

适用于柑桔、苹果中噁草酮残留量的测定。（本实验选用样品为柑桔）

参考标准：《GB23200.25-2016 食品安全国家标准 水果中噁草酮残留量的检测方法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：称取噁草酮 1mg 用正己烷溶解并定容至 10mL，浓度为 100 μ 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 μ g/mL
- 3) 提取剂：取 100mL 正己烷加入 100mL 苯，超声混匀待用。
- 4) 洗脱剂：取 100mL 正己烷加入 200mL 苯，超声混匀待用。

3、提取步骤

称取试样 2.0g（精确至 0.001g），于 15mL 具塞离心管中，加入 1g 氯化钠，加入 2mL 提取剂，涡旋混匀，超声提取 10min，2500r/min 离心 2min，吸取上清液于另一 15mL 离心管中，残渣中加入 2mL 提取剂重复提取 2 遍，合并提取液，加入 1g 无水硫酸钠，待净化

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Carb 规格：150mg/3mL

活化：1mLx3 苯，弃去；

上样：待净化液全部上样，收集流出液；

洗脱：1.5mLx3 洗脱剂，收集流出液于 15mL 离心管中；

45℃氮吹至近干，用正己烷溶解残渣定容至 1mL，GC/MS 检测。

5、注意事项

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

加标水平：2g 样中加入 40 μ L 1 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 40 μ g/L。

6、色谱条件

6.1 气相条件

色谱柱	WM-5MS,30m $\times$ 0.25mm,0.25 μ m
进样口温度	280 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 100 $^{\circ}$ C，保持 1min；5 $^{\circ}$ C/min, 升温至 200 $^{\circ}$ C，10 $^{\circ}$ C，升温至 280 $^{\circ}$ C，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	0.6mL/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	250 $^{\circ}$ 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	20min

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

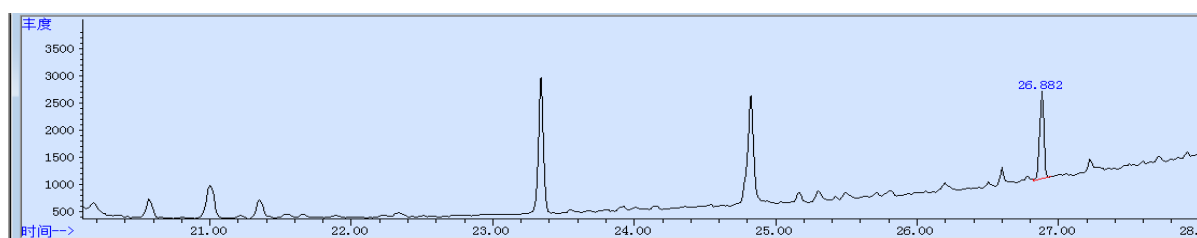


图 1. 噁草酮对照品 40µg/L 图谱

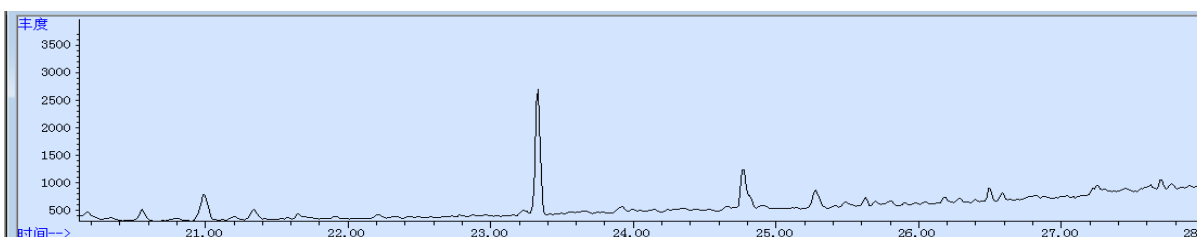


图 2.柑桔样品空白 图谱

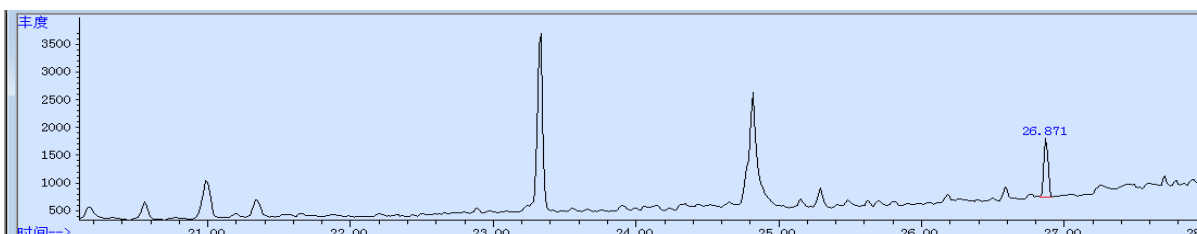


图 3. 柑桔样加标 0.02mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
噁草酮	0.02	104%	4.31

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00517-20003	SPE 小柱	Welchrom® Carb, 150mg/3mL, 50pk
00837-05002	15mL 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, 15mL, 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

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

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
	噁草酮	CAS:19666-30-9

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