

食品中嘧霉胺、啮菌胺、腈菌唑和啮菌酯的测定 GB 23200.46-2016

1、适用范围

适用于食品中嘧霉胺、啮菌胺、腈菌唑和啮菌酯的检测。（本实验样品采用菠菜和鳕鱼）

参考标准《GB 23200.46-2016 食品安全国家标准 食品中嘧霉胺、啮菌胺、腈菌唑、啮菌酯残留量的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 嘧霉胺储备液：精确称量 1mg 嘧霉胺标品，用丙酮溶解并定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
啮菌酯储备液：精确称量 1mg 啮菌酯标品，用丙酮溶解并定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
腈菌唑储备液：精确移取 1mL 1mg/mL 腈菌唑标品，用丙酮定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
啮菌胺储备液：精确移取 1mL 0.1mg/mL 啮菌胺标品，用丙酮定容至 10mL，即 0.01mg/mL 储备液。
- 2) 嘧霉胺等 4 种混合标准工作液：精确移取 0.2mL 嘧霉胺、啮菌酯、腈菌唑储备液和 2mL 啮菌胺储备液，用丙酮溶解并定容至 10mL，即 0.002mg/mL 储备液。
- 3) 乙腈：甲苯（3：1）：30mL 乙腈和 10mL 甲苯互溶。
- 4) 乙腈：甲苯（3：2）：30mL 乙腈和 20mL 甲苯互溶。
- 5) 丙酮-正己烷（1+1）：取 50mL 丙酮与 50mL 正己烷互溶。
- 6) 氯化钠溶液（300g/L）：30g 用水溶解并定容至 100mL。
- 7) 正己烷饱和乙腈：100mL 正己烷和 100mL 乙腈振荡，静置 2h，下层为正己烷饱和乙腈。
- 8) 乙腈饱和正己烷：100mL 正己烷和 100mL 乙腈振荡，静置 2h，上层为乙腈饱和正己烷。

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

3、提取步骤

一、菠菜：精确称取样品 2.0g 置于 50mL 的螺口尖底离心管

- 1) 加入 5mL 丙酮和 3g 氯化钠，振荡 1min，超声 30min，移取上清液至另一个离心管中，用 4mL 丙酮分 2 次洗涤原离心管滤渣，合并上清液。
- 2) 向上清液中加入 5mL 氯化钠溶液和 6mL 乙酸乙酯，振荡 1min，静置分层（若乳化可 4000rpm 下离心 5min），取上层有机相，向下层水相加 4mL 乙酸乙酯再次萃取，合并有机相，过 5g 无水硫酸钠，置于旋转蒸发瓶中，40° 水浴旋蒸至干，用 1mL 乙腈：甲苯（3：1）溶解待净化。

二、鳕鱼：精确称取样品 2.0g 置于 50mL 的螺口尖底离心管

- 1) 加入 5mL 乙酸乙酯和 3g 氯化钠，振荡 1min，超声 30min，4000r/min 离心 5min，移取上清液过 5g 无水硫酸钠至旋转蒸发瓶中，再用 4mL 乙酸乙酯提取残渣，上清液过 5g 无水硫酸钠转至旋转蒸发瓶中，于 40° 水浴旋蒸至干。
- 2) 向旋转蒸发瓶中加入 10mL 乙腈饱和正己烷，转至 50mL 离心管中，再向旋转蒸发瓶中加入 10mL 正己烷饱和乙腈，转至同一 50mL 离心管中，振荡分层，乙腈层过 5g 无水硫酸钠转至原旋转蒸发瓶中；正己烷层再用 5mL 正己烷饱和乙腈振荡分层，弃去正己烷层，乙腈层过 5g 无水硫酸钠转至原旋转蒸发瓶中，于 40° 水浴旋蒸至干，用 1mL 乙腈：甲苯（3：1）复溶待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Carb/NH₂，规格：500mg/500mg/6mL。

活化：5mL 乙腈：甲苯（3：1）活化，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：1mL 乙腈：甲苯（3：1）洗涤旋转蒸发瓶，过柱弃去；

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

洗脱：精确移取 8mL 乙腈：甲苯（3：2）洗脱，抽干并收集于 15mL 离心管中；

复溶：将收集液体于 45℃ 水浴氮吹至干，用丙酮-正己烷（1+1）定容至 1mL，供气相检测。

5、注意事项

加标水平：在 2g 样中加入 50 μ L 0.002mg/mL 的嘧霉胺等 4 种混合标准工作液，定容至 1mL，加标水平 0.05mg/kg，机读数 0.1mg/L；

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25 μ m
进样口温度	250℃
升温程序	初始温度为 100℃，保持 1min；以 10℃/min 升温至 210℃，保持 2min；再以 30℃/min 升温至 280℃，保持 5min；最后以 10℃/min 升温至 290℃，保持 6min
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	2 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	280℃
离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃

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

监测方式	选择离子扫描（SIM） 1
选 择 监 测 离 子 (m/z)	嘧霉胺：定量 198；定性 199、188、184
	嘧菌胺：定量 222；定性 223、208、181
	腈菌唑：定量 179；定性 150、245、288
	嘧菌酯：定量 344；定性 388、372、403
溶剂延迟	8.0min

7、色谱图或者加标回收率结果

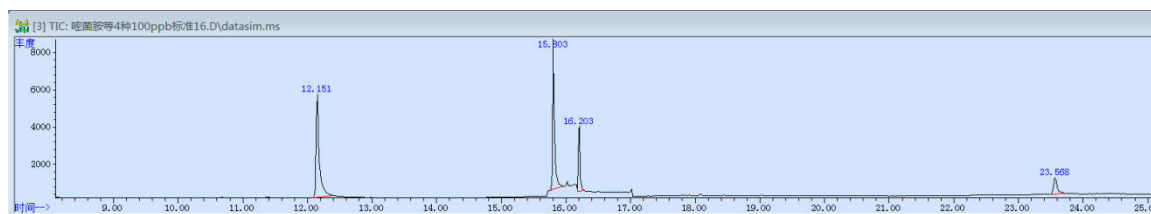


图 1. 嘧霉胺等 4 种混合 0.1mg/L 标准图谱

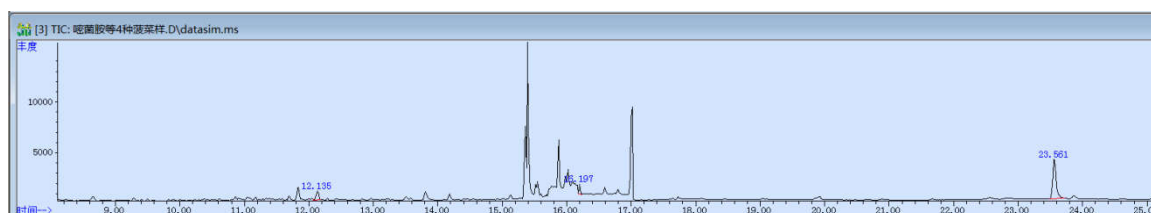


图 2.菠菜空白图谱

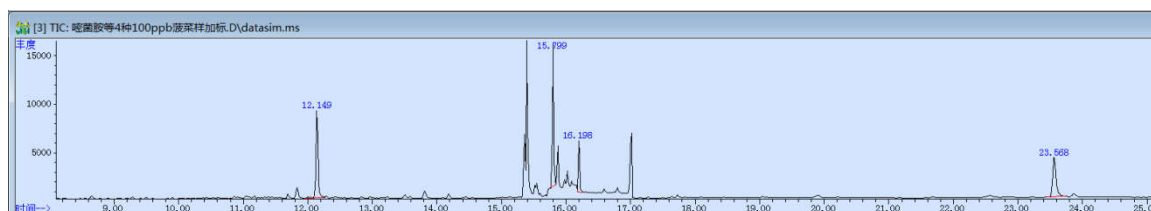


图 3.菠菜样加标 0.05mg/kg 图谱

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

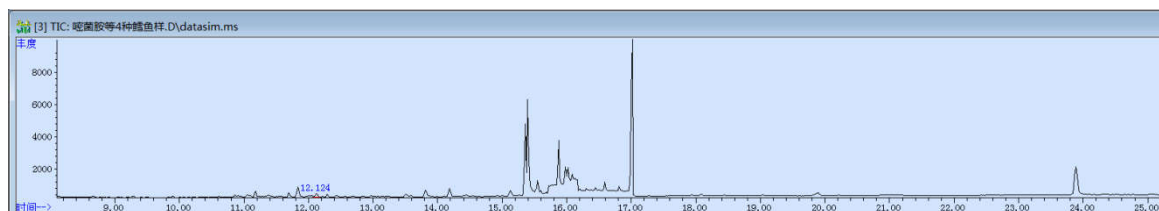


图 4.鳕鱼空白图谱

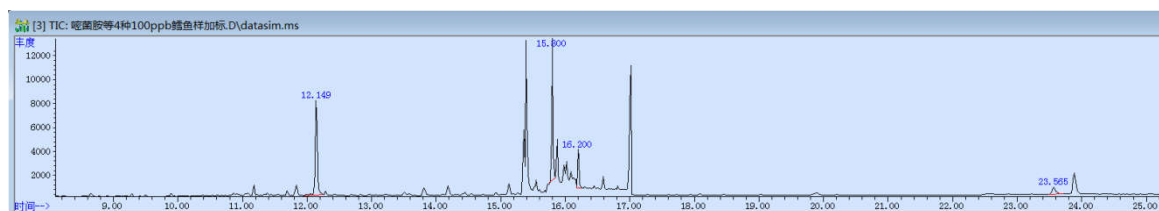


图 5.鳕鱼样加标 0.05mg/kg 图谱

表 1.加标回收表

基质	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%
菠菜	嘧霉胺	0.05	90.56
	嘧菌胺	0.05	104.36
	腈菌唑	0.05	110.94
	嘧菌酯	0.05	93.85
鳕鱼	嘧霉胺	0.05	95.12
	嘧菌胺	0.05	99.53
	腈菌唑	0.05	87.43
	嘧菌酯	0.05	100.87

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00527-20011	SPE 小柱	Welchrom®Carb/NH ₂ , 500mg/500mg/6ml, 30pk
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
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形

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

		底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15ml, 50/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
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25μm
00826-P096P100	噻霉胺标准品	CAS No. :53112-28-0, 100mg
	噻菌胺	CAS: 110235-47-7
	腈菌唑	CAS: 88671-89-0
	噻菌酯	CAS: 131860-33-8

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