

生姜和莲藕中嘧菌酯的测定 GB 23200.46-2016

1、适用范围

适用于食品中嘧菌酯的检测。（本实验样品采生姜和莲藕）

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

2、溶液的配制

- 1) 嘧菌酯储备液：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。
- 2) 嘧菌酯标准工作液：精确移取 0.1mL 嘧菌酯储备液，用丙酮溶解并定容至 10mL，即 0.001mg/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) 氯化钠溶液（300g/L）：30g 用水溶解并定容至 100mL。
- 6) 正己烷-丙酮：量取正己烷 100mL 加入 100mL 丙酮，超声混匀备用。

3、提取步骤

精确称取样品 2.0g（精确至 0.01g）置于 50mL 的螺口尖底离心管，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。

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

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

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。

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；

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 100μL 0.001mg/mL 的噻菌酯标准工作液，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, 0.25μm
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

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

恒流模式	1mL/min
进样量	2μL

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℃
监测方式	选择离子扫描（SIM） 1
溶剂延迟	8.0min

7、色谱图或者加标回收率结果

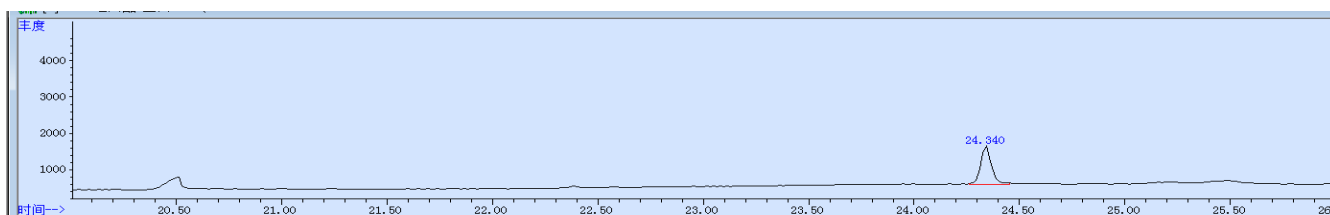


图 1. 啉菌酯 0.1mg/L 标准图谱

峰名称	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
啉菌酯	24.34	M	0.055	33963	24.267	24.448

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

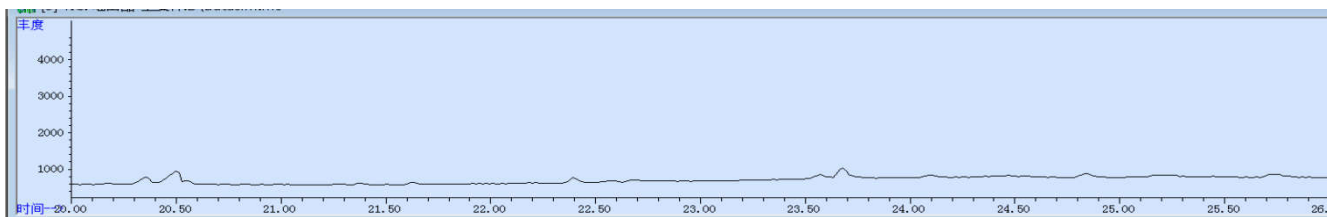


图 2.生姜空白图谱

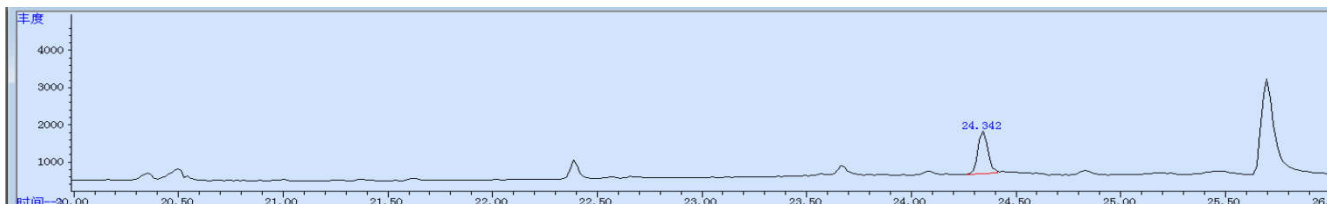


图 3.生姜样加标 0.05mg/kg 图谱

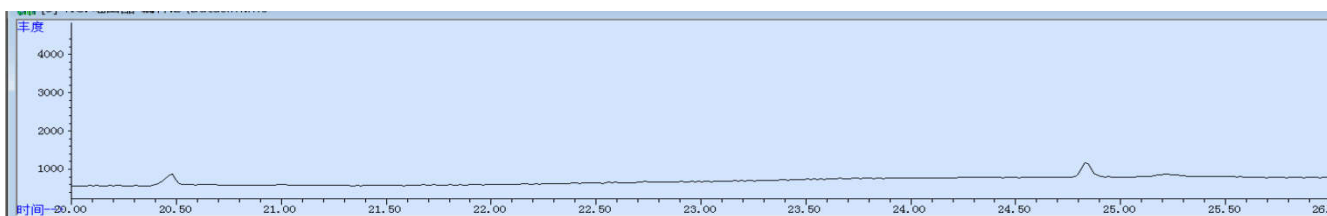


图 4.莲藕空白图谱

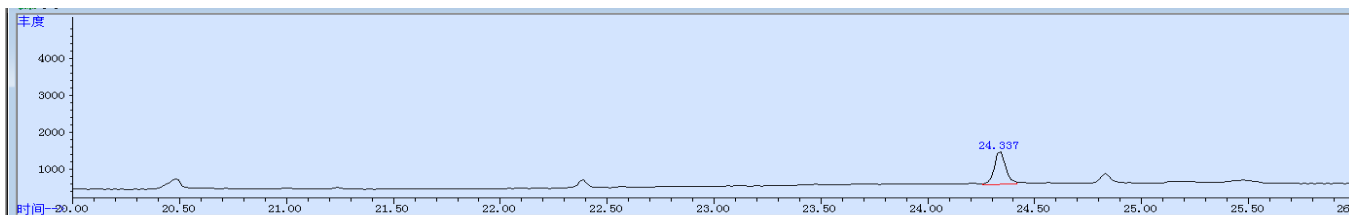


图 5.莲藕样加标 0.05mg/kg 图谱

表 1.加标回收表

基质	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (N=2)
生姜	0.05	109	0.75%
莲藕	0.05	93	1.62%

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
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
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
	啞菌酯	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: 321000 E-mail: lingyuyu@welchmat.com