

水果和蔬菜中啮螨酯残留量的测定 (GB23200.29-2016)

1、适用范围

适用于水果、蔬菜中啮螨酯残留量高效液相色谱检测方法（该实验选用基质为蜜桔、大白菜）

参考标准：《GB 23200.29-2016 食品安全国家标准 水果和蔬菜中啮螨酯残留量的测定 液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：称取啮螨酯标准品 0.1mg，用乙腈溶解并定容至 10mL，浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$
- 2) 标准工作液：移取 1mL 标准贮备液，用乙腈稀释并定容至 10mL，浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$
- 3) 乙腈-甲苯（3-1）：量取 300mL 乙腈和 100mL 甲苯，混合均匀。

3、提取步骤

样品前处理：选取实验部分，并用捣碎机捣碎均匀，装入洁净容器中，冷冻保存。

称取 5g 样品于 50mL 离心管中，加入 20mL 乙腈，涡旋超声 10min，往离心管中加入 5gNaCl，涡旋超声 10min，离心 5min（8000r/min），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），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：321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

上样：待净化液 5mL，收集于鸡心瓶中

洗脱：30mL 乙腈-甲苯（3-1），收集于鸡心瓶中

复溶：40°C水浴旋蒸至干，用流动相复溶至 1mL，过 0.22μm 有机滤头，待检测

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样中分别加入 0.2ml 和 0.12mL 10μg/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.04mg/kg 和 0.24mg/kg，最终机度数为 0.05mg/L 和 0.3mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18,4.6×250mm,5μm

流动相：A：水 B：乙腈（等度）=15:85

流速：0.8mL/min

柱温：35°C

进样量：20μL

检测波长：254nm

7、色谱图或者加标回收率结果

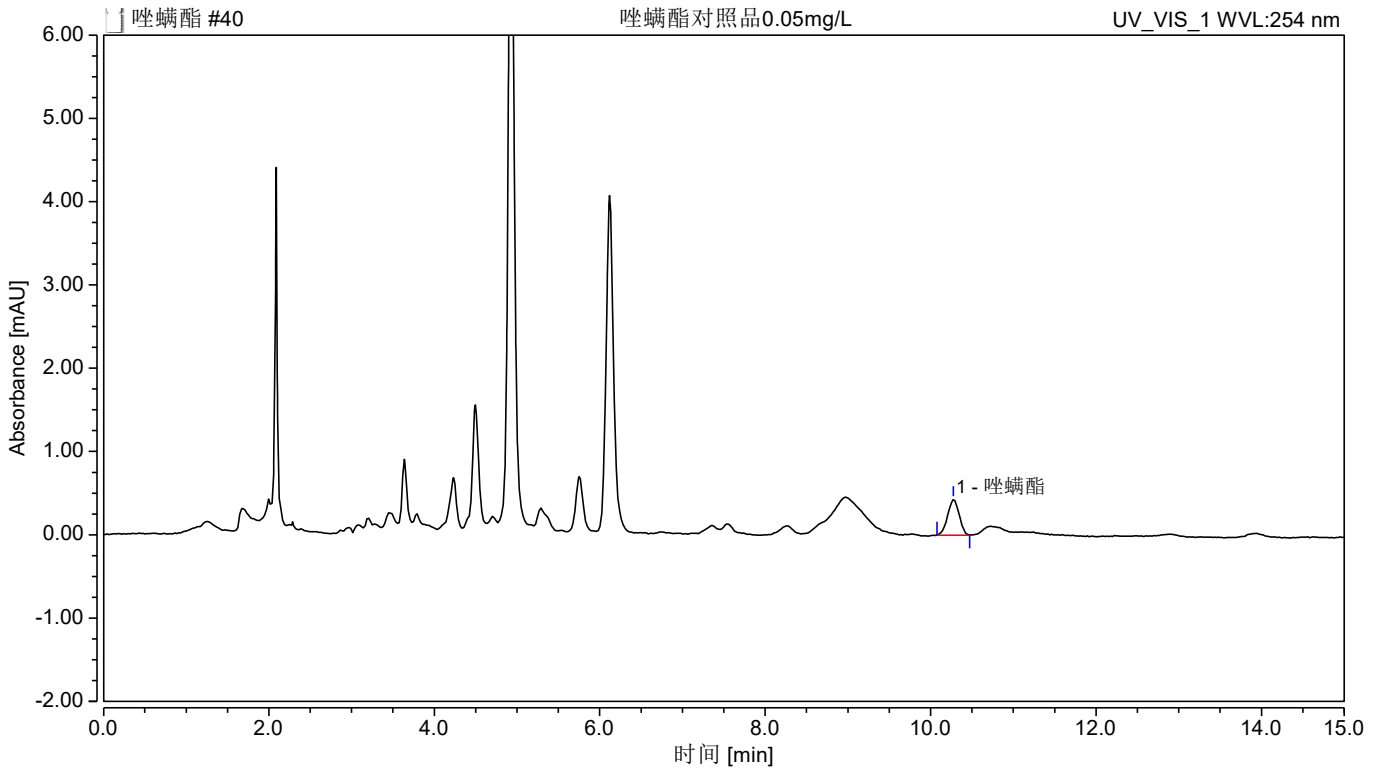


图 1. 啞螨酯对照品 0.05mg/L 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	不对称度	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)	(EP)
啞螨酯	10.273	0.069	0.427	100.00	1.01	n.a.	25672

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

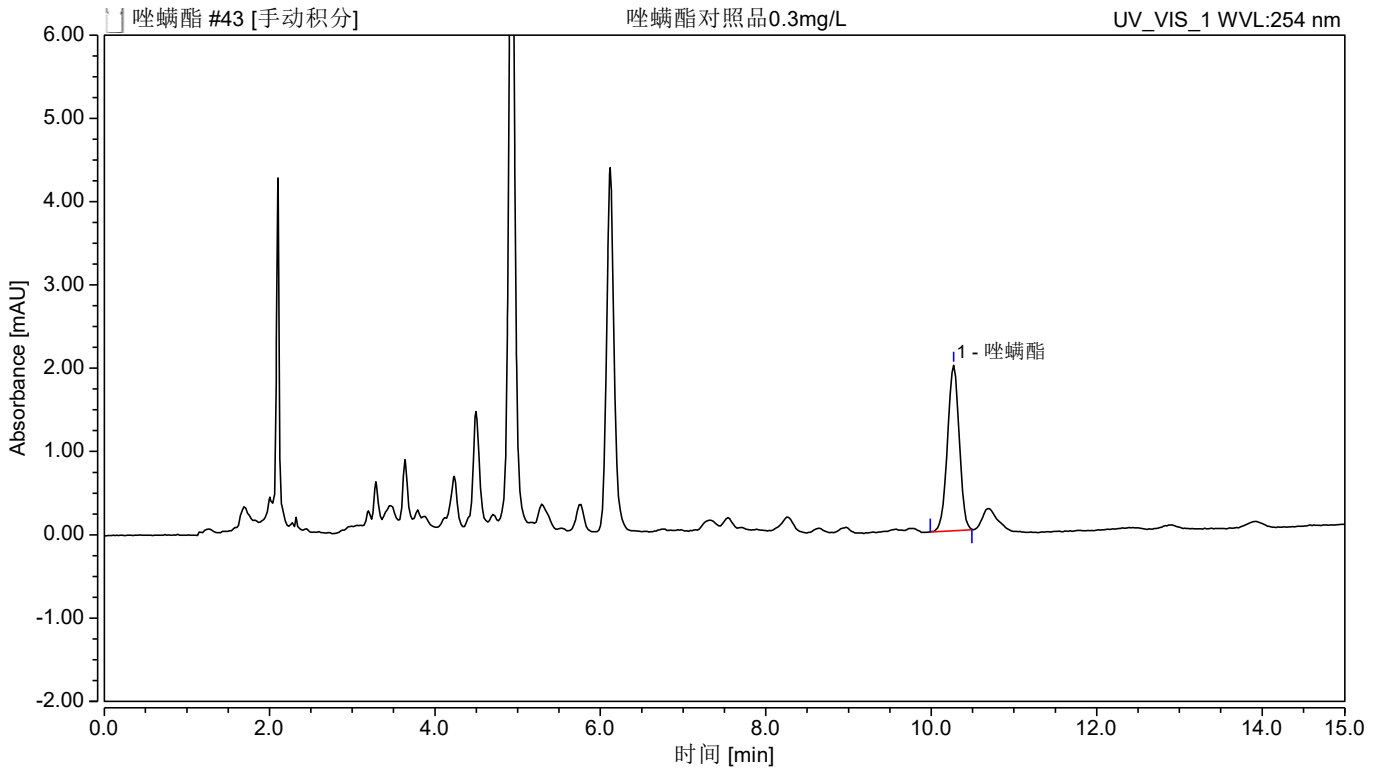


图 2. 啉磷酯对照品 0.3mg/L 图谱

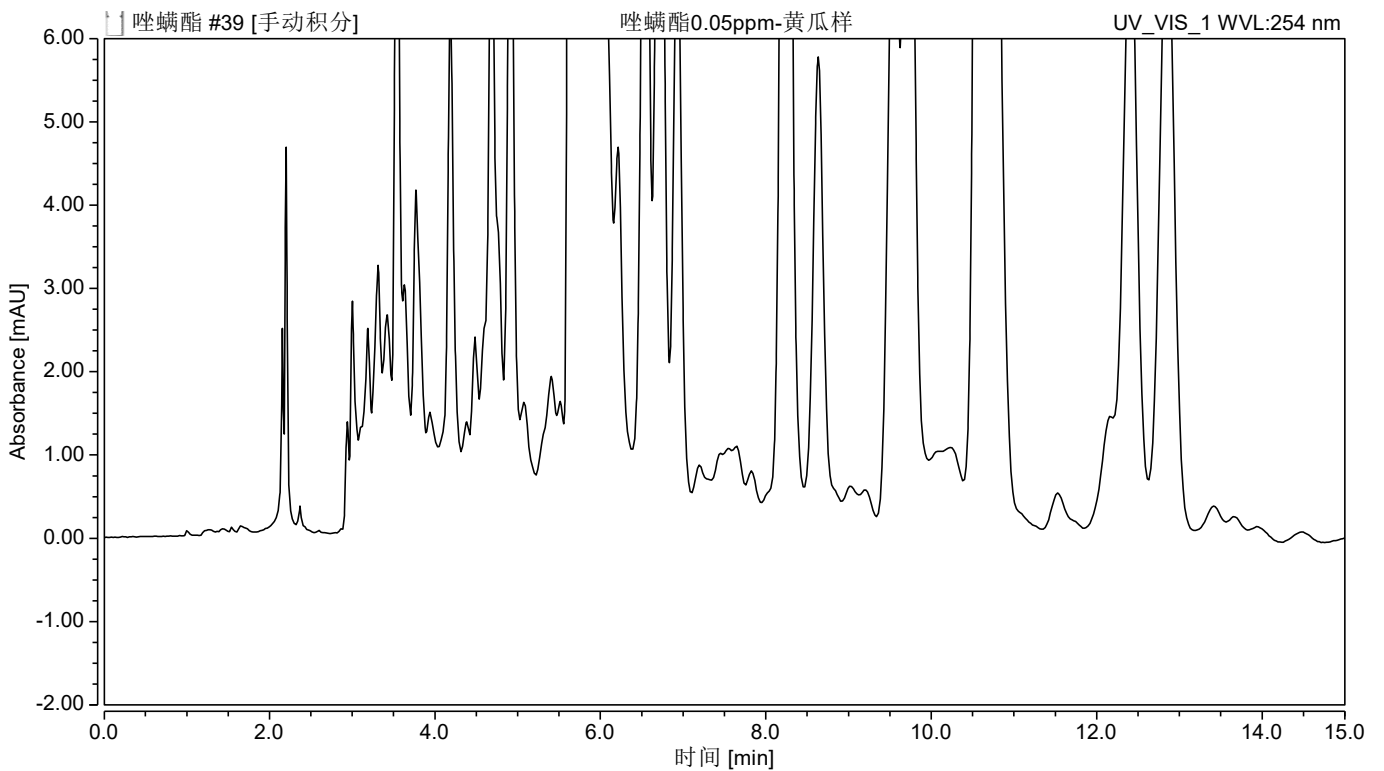


图 3. 黄瓜样品空白图谱

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

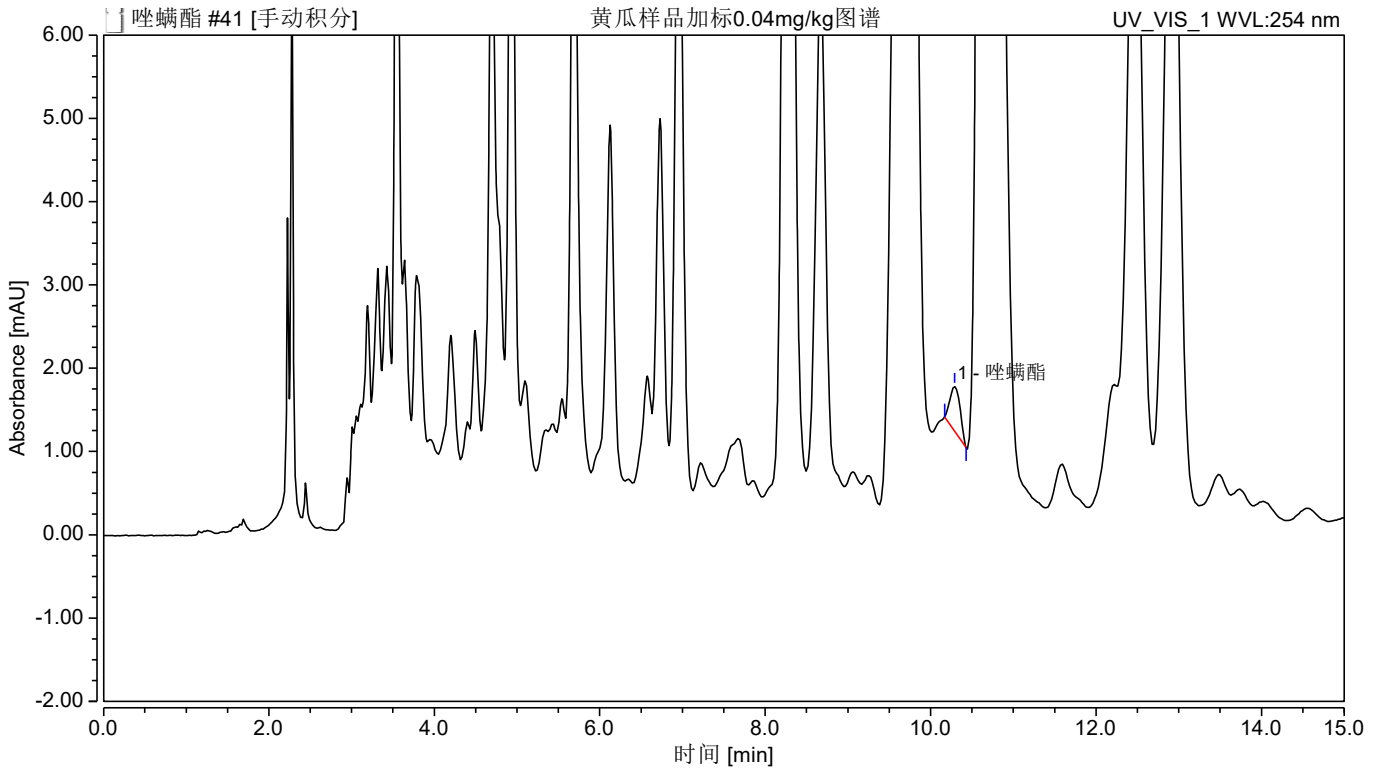


图 4.黄瓜样品加标 0.04mg/kg 图谱

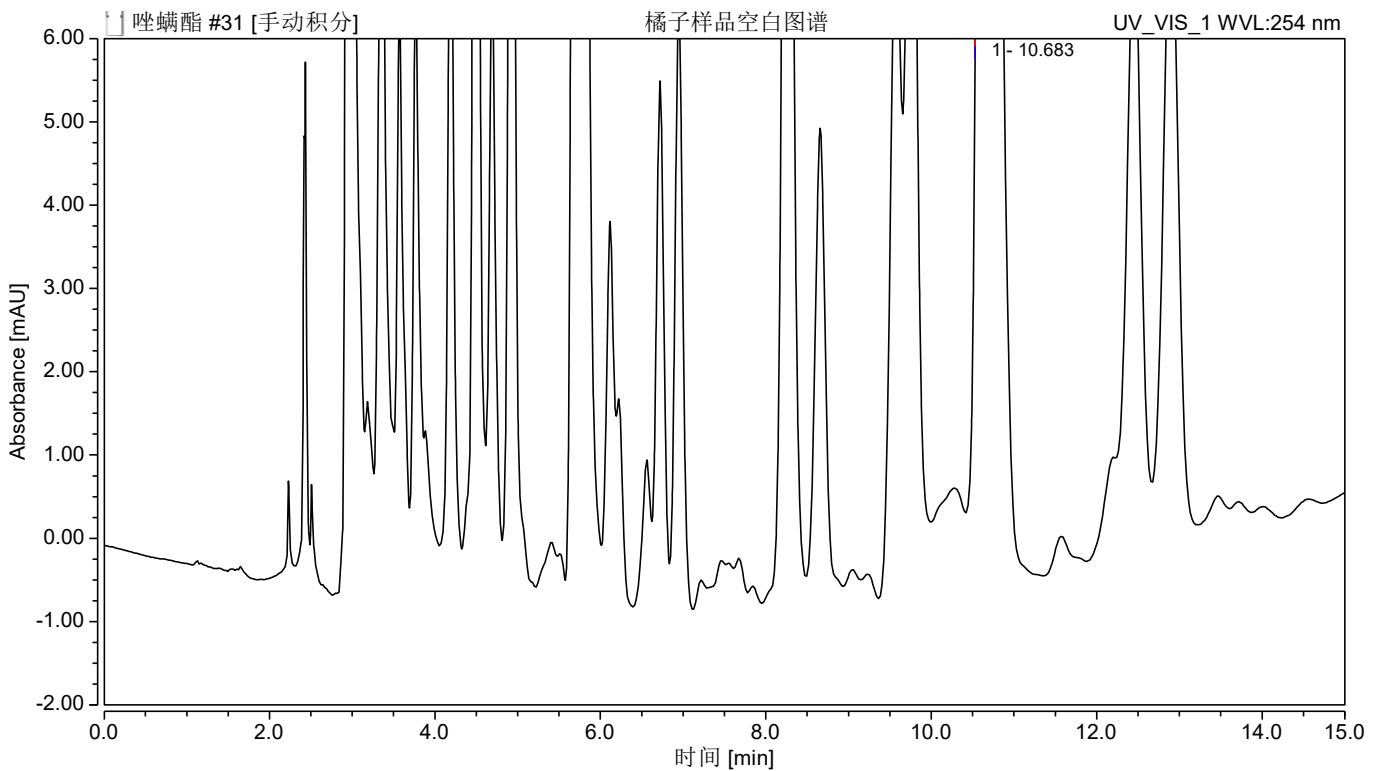


图 5.橘子样品空白图谱

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

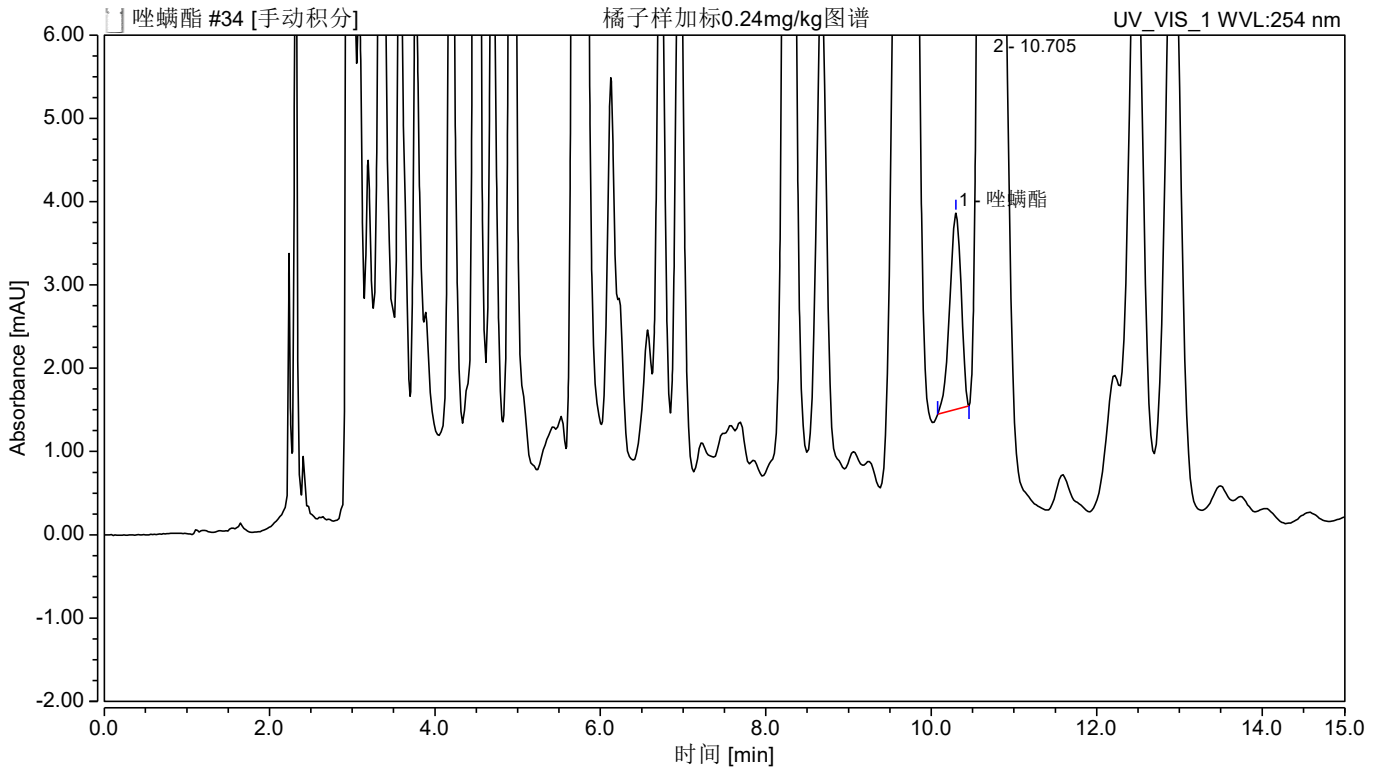


图 6.橘子样加标 0.24mg/kg 图谱

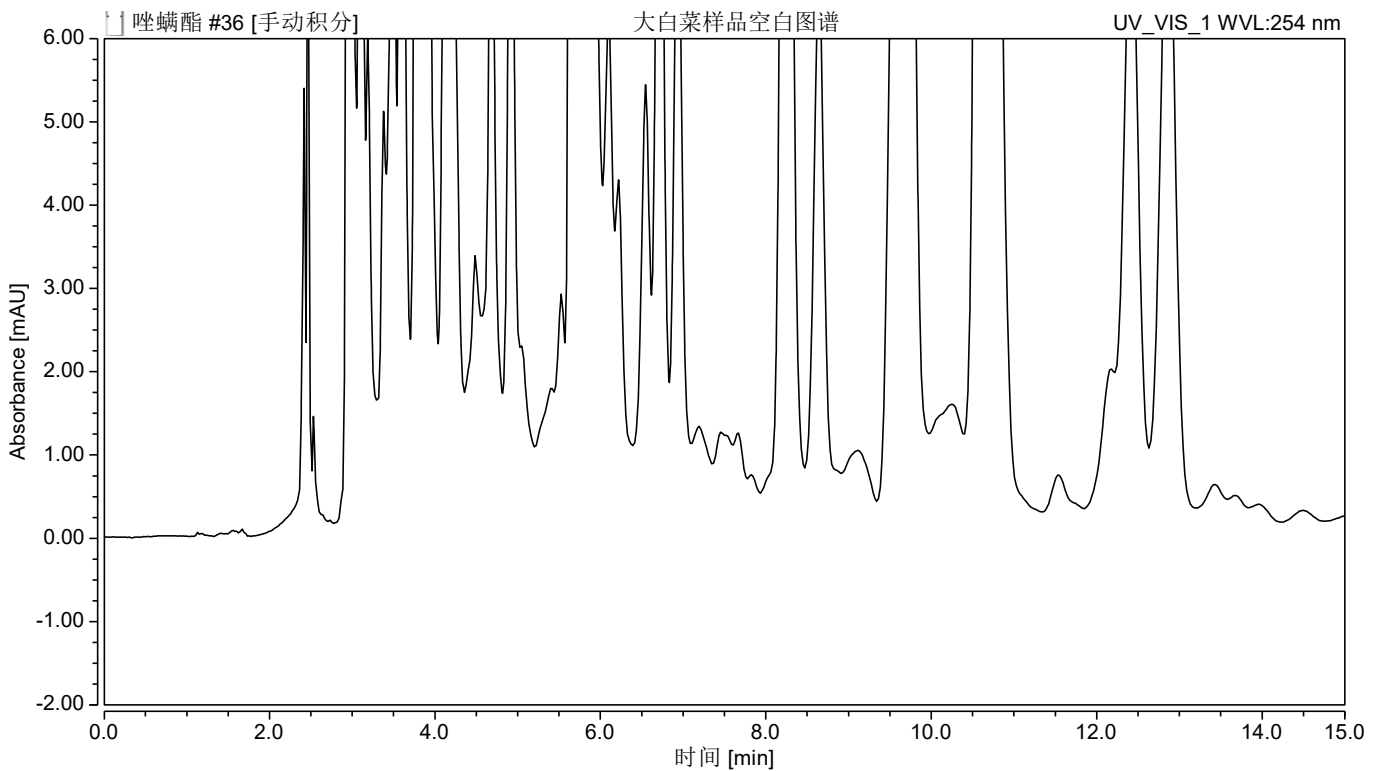


图 7.大白菜样品空白图谱

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

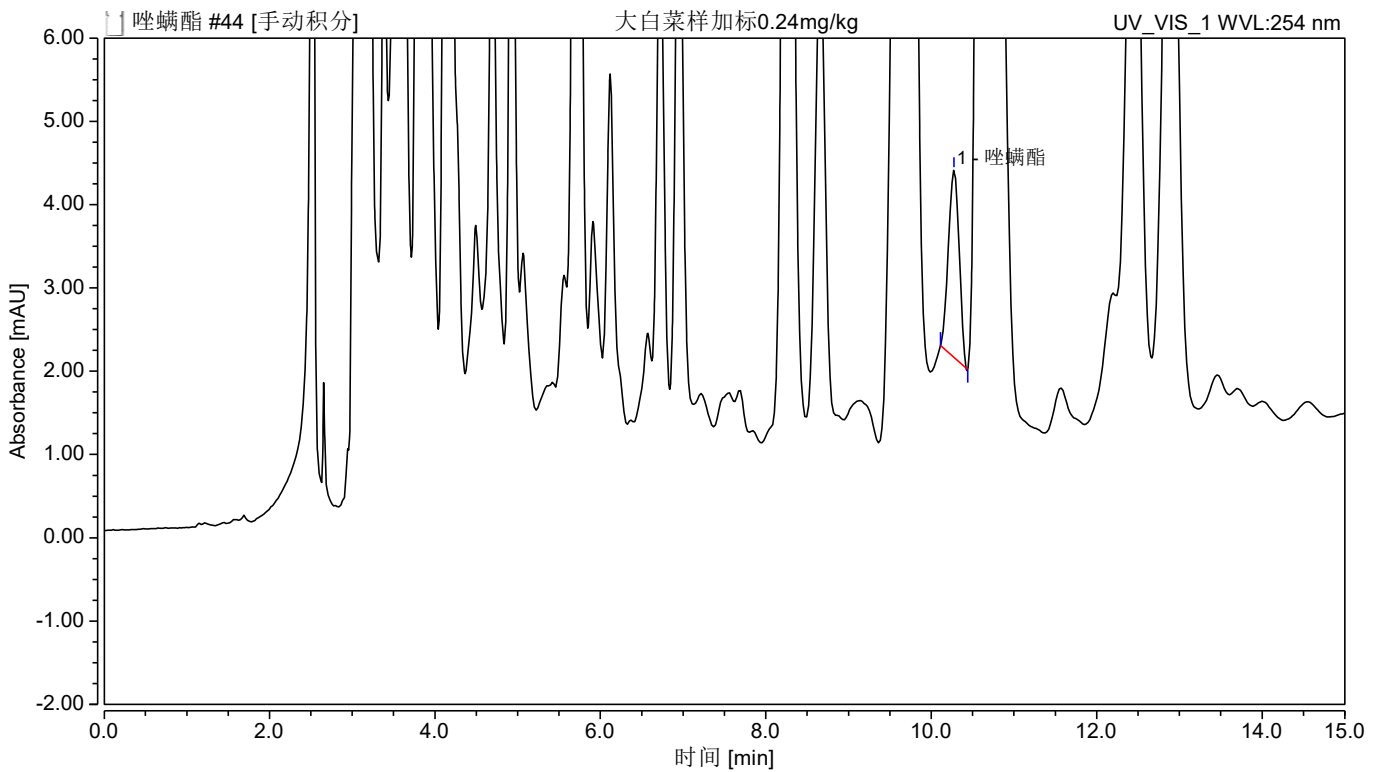


图 8.大白菜样加标 0.24mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

基质	加标水平	平均回收率 (%)	RSD (%)
黄瓜	0.04	114.1	1.26
橘子	0.24	108	0.17
大白菜		102.2	0.32

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

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
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate®XB- C18 , 4.6×250mm,5μm
00802-01201	针头式过滤器	进口 MCE, 13mm*0.22μm,100pk
	唑螨酯标准品	CAS : 111812-58-9, 98.3%, 100mg/瓶

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