

蔬菜中噻菌灵残留量的测定 GB23200.17-2016

1、适用范围

适用于蔬菜中噻菌灵的测定（该实验选用基质为菠菜）

参考标准：《GB23200.17-2016 食品安全国家标准 水果、蔬菜中噻菌灵残留量的测定 液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 噻菌灵标准储备液：取 1mg 噻菌灵标准品，用甲醇溶解并稀释至 10mL，浓度为 0.1mg/mL，作为噻菌灵的储备液。
- 2) 噻菌灵标准工作液：取 1mL 噻菌灵标准储备液，用甲醇定容至 10mL，即 0.01mg/mL 噻菌灵标准工作液。
- 3) 1mol/L 氢氧化钠：0.4g 氢氧化钠用水溶解并定容至 10mL。
- 4) 0.1mol/L 盐酸溶液：0.182mL 盐酸用水溶解并稀释至 50mL。
- 5) 50%甲醇水：50mL 甲醇，加入 50mL 水，混匀。

3、提取步骤

菠菜（搅碎）

- 1) 5g（精确至 0.01g）样置于 50mL 离心管中，加入 10mL 甲醇，振荡 1min，超声 10min，8000r 离心 5min，移取上清液至 50mL 旋转蒸发瓶中，向残渣再次加入 10mL 甲醇，振荡 1min，超声 10min，8000r 离心 5min，合并上清液至旋转蒸发瓶中，50℃旋蒸至 5mL，用 2mL 甲醇洗入 50mL 离心管中，再用 10mL 0.1mol/L 盐酸溶液，润洗蒸发瓶后移入同一离心管中。

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

2) 向离心管中加入 10mL 乙酸乙酯, 振荡 1min, 8000r 离心 5min, 移取乙酸乙酯层, 用 10 mL 0.1mol/L 盐酸溶液再萃取一次, 合并水相, 用 1mol/L 氢氧化钠, 使其 pH 调至 8~9 (大约加 40 滴) 振荡混匀, 并加入 2g 氯化钠, 振荡混匀。

3) 加入 10mL 乙酸乙酯, 振荡 1min, 8000r 离心 5min, 取乙酸乙酯层, 下层水相再次用 10mL 乙酸乙酯萃取, 合并乙酸乙酯层, 过 5g 无水硫酸钠置于 50mL 旋转蒸发瓶中, 再用 5mL 乙酸乙酯洗涤无水硫酸钠后移入蒸发瓶中, 50℃ 旋蒸至近干, 用 50% 甲醇水定容至 5mL, 过 0.22 μ m 有机滤头供液相检测。

4、注意事项

加标水平: 在 5g 样中精确加入 0.1mL 的 0.01mg/mL 噻菌灵标准工作液, 加标水平为 0.2mg/kg, 机读数为 0.2mg/L。

5、色谱条件

色谱柱: 月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6*250mm, 5 μ m

流动相: A-甲醇, B-水 (等度 A:B=50: 50)

流速: 1.000mL/min

柱温: 30℃

进样量: 20 μ L

检测波长: 300nm

7、色谱图或者加标回收率结果

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

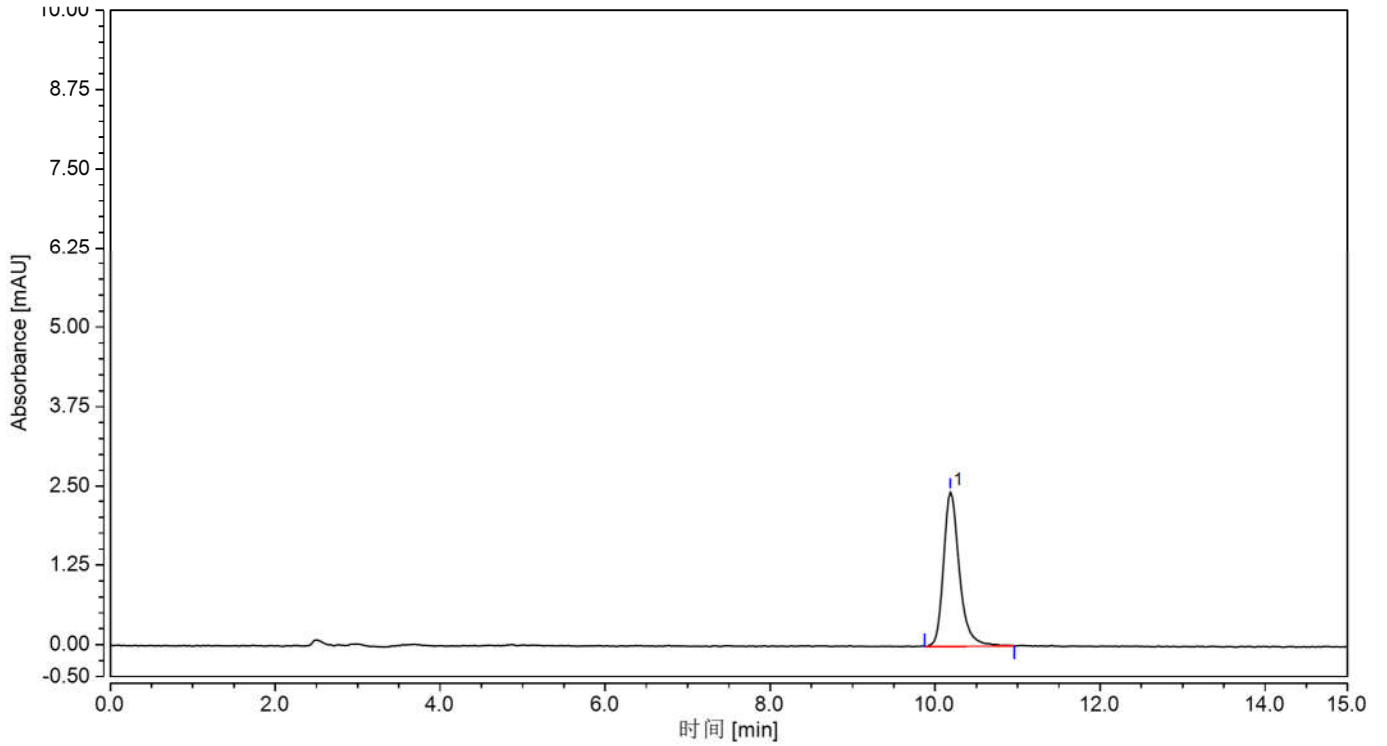


图 1、噻菌灵 0.2 μ g/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
噻菌灵	10.185	0.544	2.445	100.00	1.45	n.a.	15227

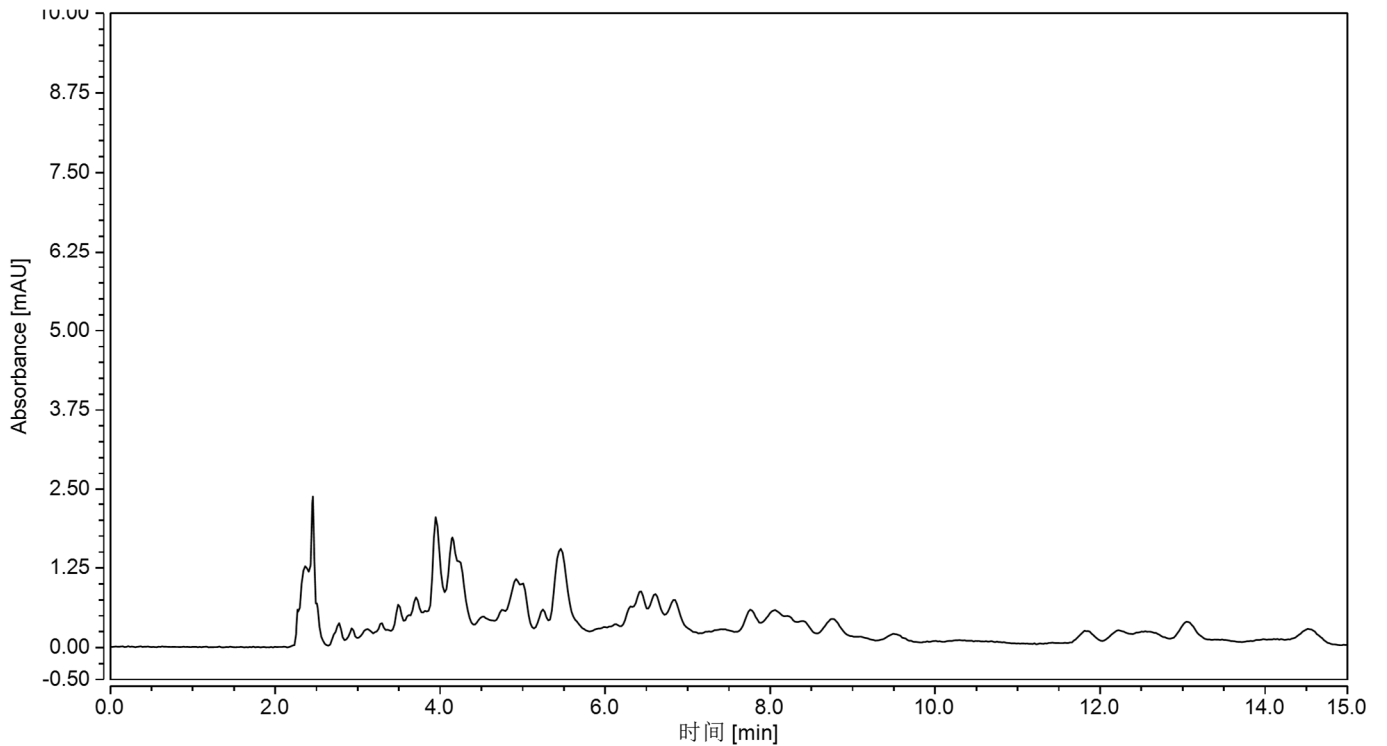


图 2、菠菜空白过柱图谱

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

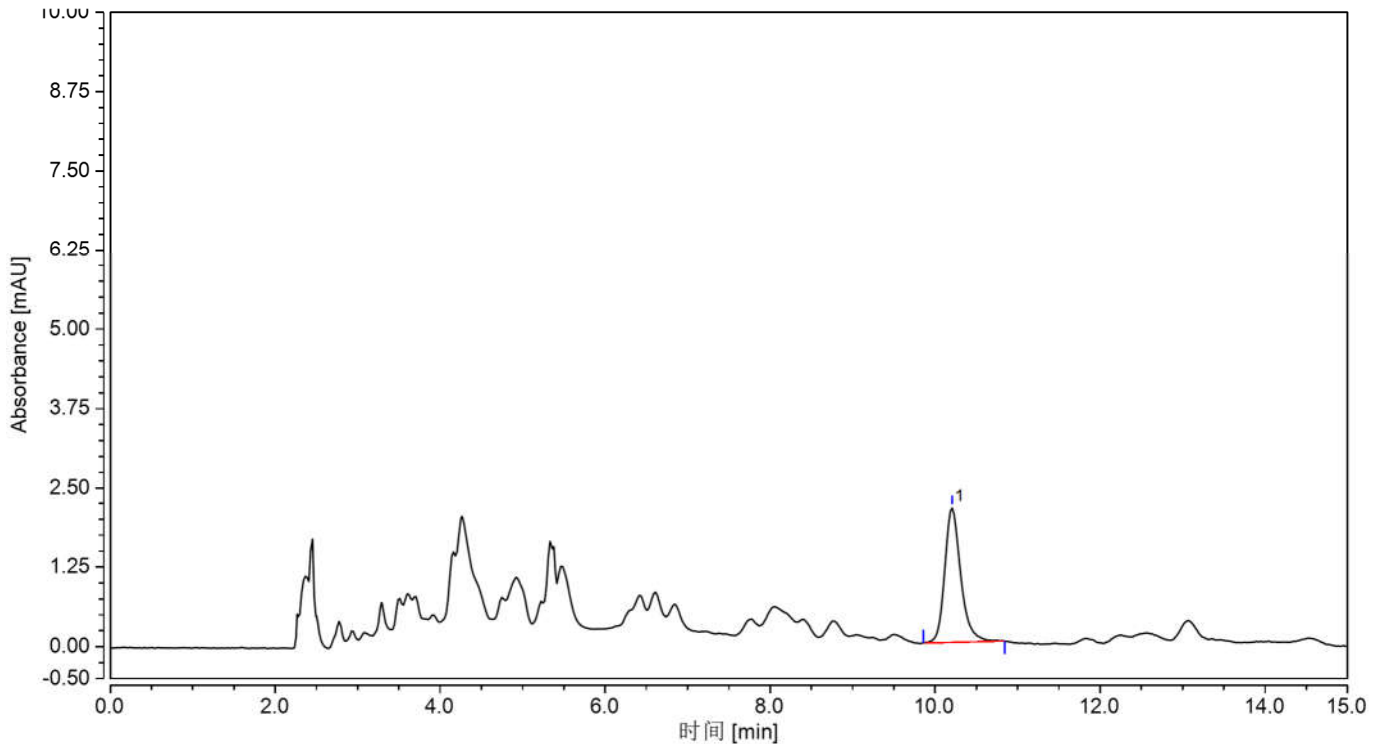


图 3、菠菜样加标 0.2mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	基质	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
噻菌灵	菠菜	0.2	86.71	1.30

8、相关产品信息

货号	名称	规格
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
00201-31043	Ultimate®XB-C18	4.6×250mm, 5µm

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

00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	噻菌灵标准品	CAS:148-79-8

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