



梨果类、柑橘类水果中噻螨酮残留量的测定 GB/T5009.173-2003

1、适用范围

适用于梨果类、柑橘类水果中噻螨酮的测定（该实验选用基质为梨）

参考标准：《GB/T5009.173-2003 梨果类、柑橘类水果中噻螨酮残留量的测定》

2、溶液的配制

标准贮备液：称取噻螨酮 10mg，用乙腈溶解并定容至 10mL，浓度为 1000 µg/mL

标准工作液：准确吸取标准贮备液 100µL，用 70%乙腈溶解并定容至 10mL，浓度为 10µg/mL

3、提取步骤

取已匀浆好的试样 5.0g 于 50mL 具塞离心管中，加入 20mL 乙腈，摇匀后超声提取 20min，8000r/min 离心 5min，提取上清液至 50mL 浓缩瓶中，残渣中加入 20mL 乙腈重复提取一次，合并上清液，于 40℃ 浓缩至近干，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Florisil PR 规格：500mg/6mL

活化：依次用 10mL 乙酸乙酯，10mL 正己烷活化

上样：全部上样

淋洗：5mL 正己烷

洗脱：20mL 乙酸乙酯洗脱，氮吹至干

复溶：用 70%乙腈水定容至 1mL

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

5、注意事项

- 1) 加标水平: 5g 样中加入 50mL10 μ g/mL 噻螨酮标准工作液, 定容至 1mL, 因此加标水平为 0.1mg/kg, 最终机度数为 0.5mg/L。
- 2) 原国标方法为石油醚-乙酸乙酯 (99+1) 洗脱, 但洗脱不下来。
- 3) 原国标方法为用甲醇提取, 石油醚萃取, 但提取不完全, 改用乙腈提取。
- 4) 原国标方法检测波长为 225nm, 流动相为乙腈-水 (70+30) 不出峰, 改波长为 240nm, 流动相为乙腈-水 (85+15), 但原国标方法为乙腈复容, 基线不稳, 改为 70%乙腈水。

6、色谱条件

色谱柱: 月旭 Ultimate[®] ODS-3, 4.6 \times 250mm, 5 μ m

流动相: 乙腈-水 (85+15)

流速: 1.000mL/min

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 20 μ L

检测波长: 240nm

7、色谱图或者加标回收率结果

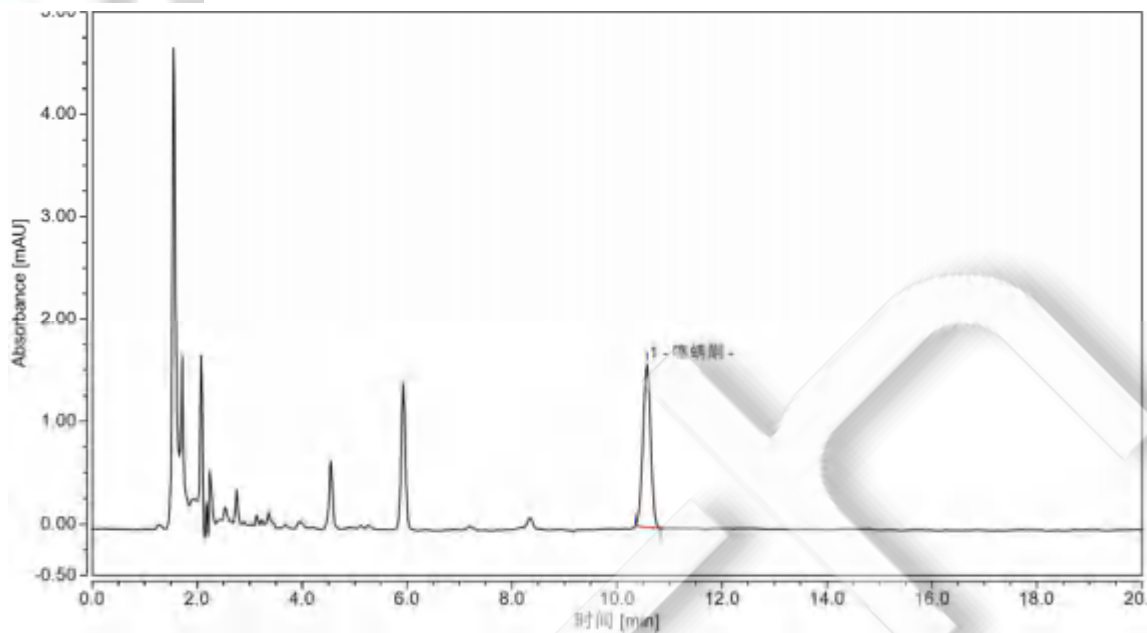


图 1. 噻嗪酮对照品 0.5mg/L 图谱

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)
噻嗪酮	10.568	0.2774	1.60	100.00	0.96	n.a.	23958

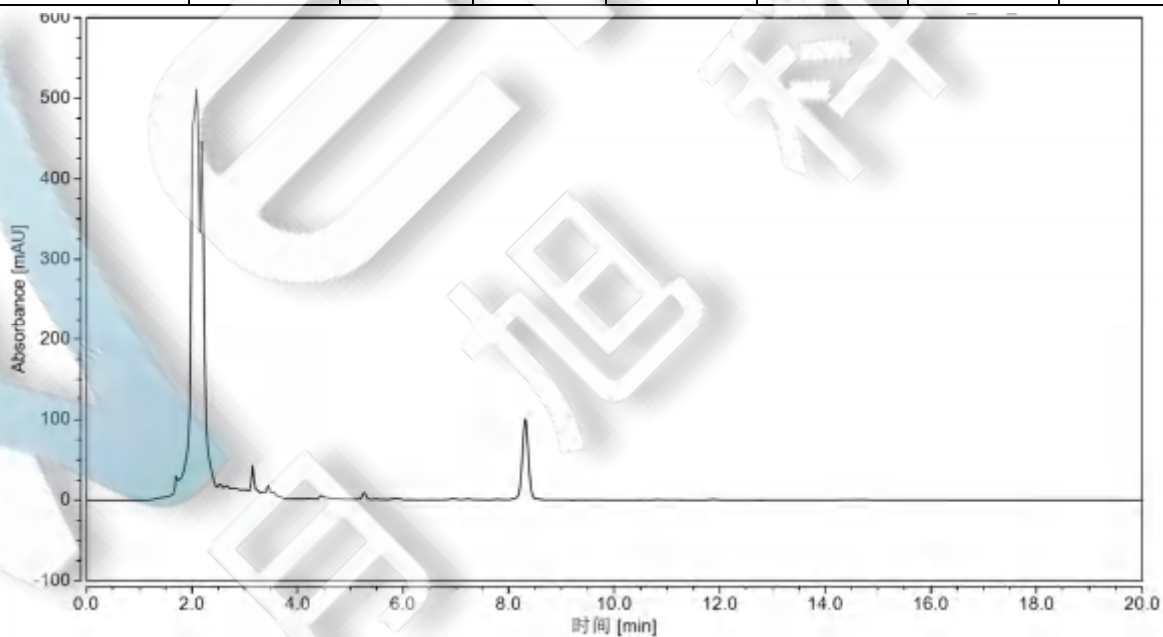


图 2.梨样品空白 图谱

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

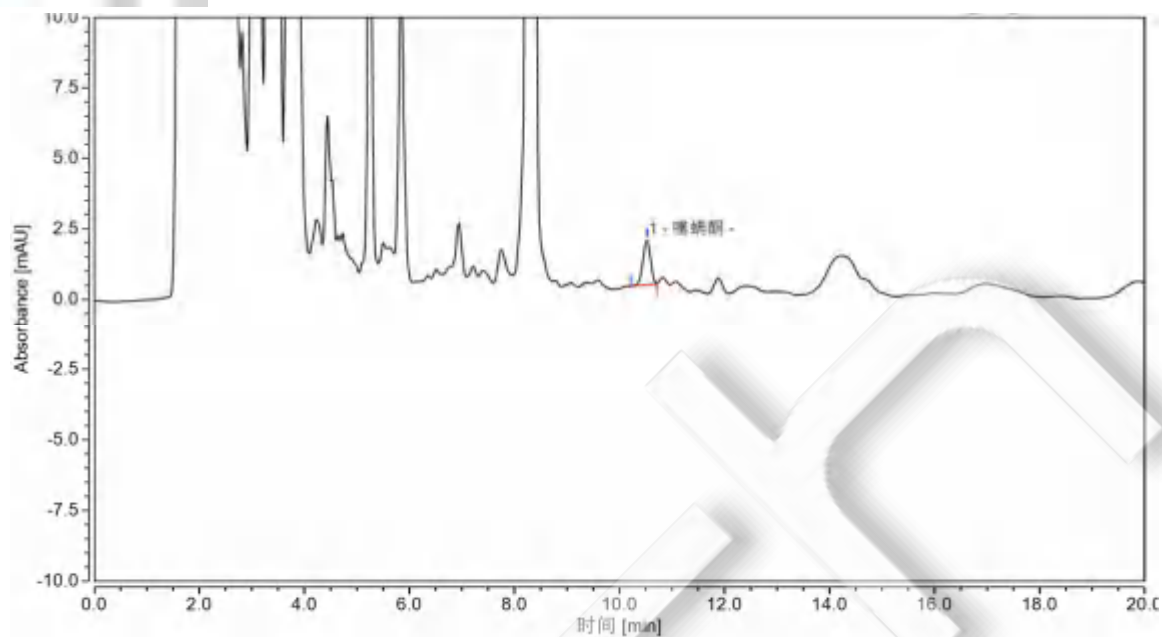


图 3. 梨样加标 0.1mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
噻螨酮	0.1	100	5.90

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20006	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR,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
00275-31043	液相色谱柱	Ultimate® ODS-3,4.6×250mm,5 μ m
	噻螨酮标准品	CAS No. 78587-05-0

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