

生姜中啶酰菌胺的测定 GB 23200.68-2016

1、适用范围

适用于食品中啶酰菌胺的检测。（本实验样品采用生姜）

参考标准《GB 23200.68-2016 食品安全国家标准 食品中啶酰菌胺残留量的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：精确称量 1mg 啶酰菌胺标品，用丙酮溶解并定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
- 2) 正己烷饱和乙腈：取 100mL 正己烷和 100mL 乙腈置于圆底烧瓶中，超声混匀，静止分层后，待用。
- 3) 乙腈饱和正己烷：取 100mL 正己烷和 100mL 乙腈置于圆底烧瓶中，超声混匀，静止分层后，待用。
- 4) 丙酮-正己烷（3+7）：量取 30mL 丙酮与 70mL 正己烷互溶。

3、提取步骤

样品制备：将样品切片，经均质机搅拌，冷冻保存，需要时再进行解冻。

称取样品 5.0g 样品，置于 50mL 的离心管①中

- 1) 加入 5mL 水，加入 20mL 正己烷饱和乙腈，涡旋，再加入 2.5g 氯化钠，振荡混匀，超声 10min，离心 5min（4000r/min），准确移取 10mL 上清液至离心管②中；
- 2) 往离心管②中加入 10mL 乙腈饱和正己烷，振荡 1min，离心 2min（4000r/min），弃去上层正己烷层，再次向下层加入 10mL 乙腈饱和正己烷，振荡 1min，离心 2min（4000r/min），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

上层正己烷层，将下层乙腈相置于旋转蒸发瓶中，40℃水浴旋蒸至 1mL，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®PSA，规格：500mg/3mL。

活化：5mL 丙酮-正己烷（3+7）活化，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，收集于鸡心瓶中；

洗脱：精确移取 10mL 丙酮-正己烷（3+7）洗脱，抽干并收集于鸡心瓶中；

复溶：将收集液体于 40℃水浴旋蒸至干，用丙酮-正己烷(3+7)定容至 1mL，待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样中加入 0.02mL 100µg/mL 标准贮备液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.4mg/kg，最终机度数为 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 70℃，保持 2min；以 25℃/min 升温至 150℃，保持 2min；再以 15℃/min 升温至 200℃，最后以 10℃/min 升温至 300℃，保持 5min
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

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

进样量	1μL
-----	-----

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)
选择监测离子 (m/z)	定量 140, 定性 112、167、342
溶剂延迟	4.0min

7、色谱图或者加标回收率结果

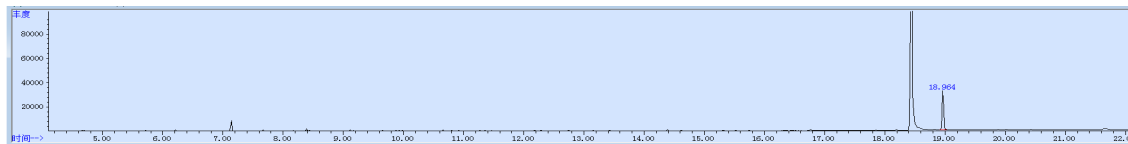


图 1. 啉酰菌胺 1mg/L 图谱

峰名称	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间	保留时间
啉酰菌胺	18.964	M	0.029	564748	18.915	19.047	18.964

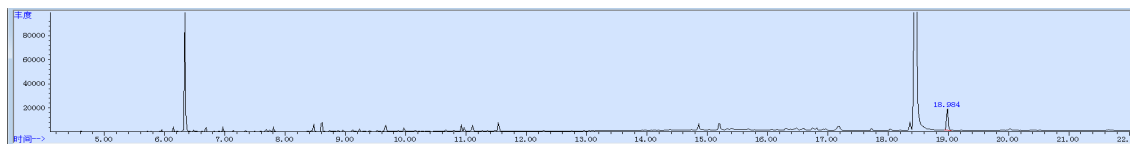


图 2. 生姜样品空白图谱

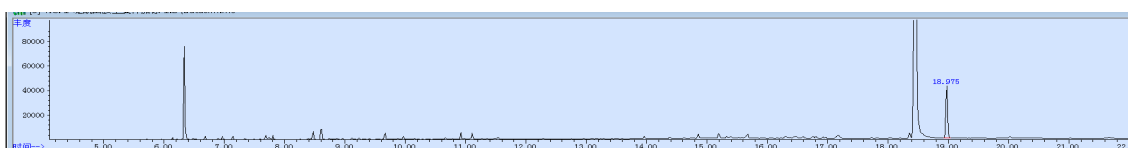


图 3. 生姜样品加标 0.4mg/kg 图谱

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: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD % (n=2)
啶酰菌胺	0.4	120	1.22

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00508-11005	SPE 小柱	Welchrom®PSA , 500mg/3mL,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,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15mL, 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
00826-B032P100	啶酰菌胺标准品	CAS No.:188425-85-6,100mg

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