

月旭科技蔬菜水果中吡虫啉等 5 种农残的测定解决方案

方法一、QuEChERS 净化法

1、适用范围

适用于蔬菜水果中吡虫啉、多菌灵、甲基硫菌灵、除虫脲、灭幼脲 5 种农残的检测。

2、参考标准

《GBT 23379-2009 水果、蔬菜及茶叶中吡虫啉残留的测定 高效液相色谱法》

《NYT 1680-2009 蔬菜水果中多菌灵等 4 中苯并咪唑类农药残留量的测定 高效液相色谱法》

《NYT 1720-2009 水果、蔬菜中杀铃脲等其中苯甲酰脲类农药残留量的测定 高效液相色谱法》

《GB 23200.45-2016 食品安全国家标准 食品中除虫脲残留量的测定 液相色谱-质谱法》

3、标准溶液的配制

单标 100 μ g/mL: 分别精称吡虫啉、多菌灵、甲基硫菌灵、除虫脲、灭幼脲标准品 1mg, 用甲醇溶解并定容到 10mL

混标 10 μ g/mL: 分别移取吡虫啉、多菌灵、甲基硫菌灵、除虫脲、灭幼脲 100 μ g/mL 标准品 1mL, 用甲醇定容到 10mL

4、提取步骤

取有代表性样品 500 g, 用粉碎机粉碎。混匀, 装入洁净的盛样容器内, 密封并标明标记。

称取 5 g 试样 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 具塞离心管中。加 5 mL 水混匀。加入 10 mL

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:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

冰乙酸—乙腈溶液(0.01:99.9),加入 1 g 无水乙酸钠和 2 g 氯化钠,加入 2 颗均质子,涡旋振荡 2 min, 30 °C 恒温水浴超声提取 30 min 后, 4000 r/min 离心 10 min, 上层清液转移到装填适量无水硫酸钠的 15 mL 具塞离心管中, 混匀, 待净化。

5、净化步骤

QuEChERS: 00531-20020: 2mL 离心管-50mgPSA/150mg MgSO₄

准确吸取 4 所得待净化液 1.0 mL 至 00531-20020 离心管中, 准确涡旋振荡 1min, 以 5000 r/min 的转速离心 2 min。取上清液 1 mL 过 0.22 μm 有机微孔滤膜后, 供液相色谱测定。

6、注意事项

(1)加标过程:取 1mL 的 5 μg/mL 标样,加入到 5 g 样品中,加标浓度即为 1 mg/kg,上机浓度为 0.5μg/mL

7、色谱条件

色谱柱:月旭 Ultimate[®] XB-C18 (4.6 x 250 mm, 5 μm)

流动相:A: 水, B: 甲醇

梯度条件

时间 min	A:水	B: 甲醇
0	65	35
5	65	35
18	0	100
22	0	100
22.1	65	35

流速:1.0 mL/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:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

进样量：5 μ L

柱温：35 $^{\circ}$ C

检测波长：260 nm

8、色谱图或者加标回收率结果

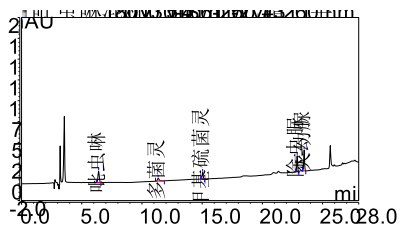


图 1、混标 0.5 μ g/mL 图谱

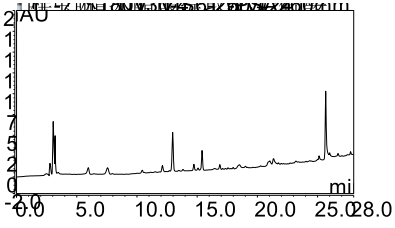


图 2：青菜样品图谱

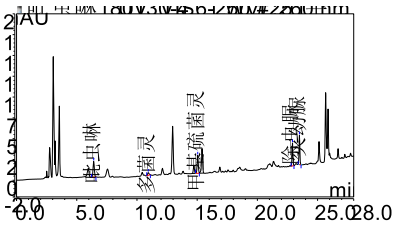


图 3：样品加标 1mg/kg 图谱

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:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

表 1: 加标回收率测定结果

	加标量	回收率
吡虫啉	1mg/kg	103%
多菌灵	1mg/kg	113%
甲基硫菌灵	1mg/kg	126%
除虫脲	1mg/kg	119%
灭幼脲	1mg/kg	125%

方法二、PSA 小柱净化法

提取:

称取 5 g 试样 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 具塞离心管中。加 5 mL 水混匀, 加入 10 mL 冰乙酸-乙腈溶液(0.01:99.9), 加入 1 g 无水乙酸钠和 2 g 氯化钠, 加入 2 颗均质子, 涡旋振荡 2 min, 30 °C 恒温水浴超声提取 30 min 后, 4000 r/min 离心 10 min, 上层清液转移到装填适量无水硫酸钠的 15 mL 具塞离心管中, 混匀, 待净化。

净化:

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:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

PSA: 500mg/6mL

活化: 5mL 甲醇, 4mL 待净化液平衡, 弃去

上样: 4mL 净化液上样, 收集

弃去柱下初滤液, 移取适量柱下续滤液, 过 0.22 μ m 滤膜, HPLC 分析

加标过程: 取 0.25mL、0.5mL、1mL 的 20 μ g/mL 标样, 加入到 5 g 样品中, 加标浓度即为 1 mg/kg、2 mg/kg、4 mg/kg, 上机浓度为 0.5 μ g/mL、1 μ g/mL、2 μ g/mL

色谱条件

色谱柱: 月旭 Ultimate[®]XB-C18 (4.6x 250 mm, 5 μ m)

流动相: A: 水, B: 甲醇

梯度条件

时间 min	A:水	B: 甲醇
0	65	35
5	65	35
18	0	100
22	0	100
22.1	65	35

流速: 1.0 mL/min

进样量: 5 μ L

柱温: 35 $^{\circ}$ C

检测波长: 260 nm

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:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

图谱及回收率

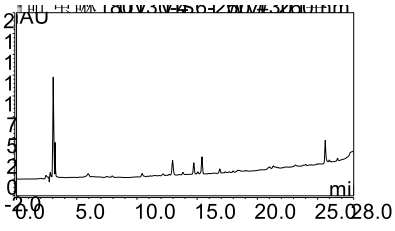


图 1、青菜原样图谱

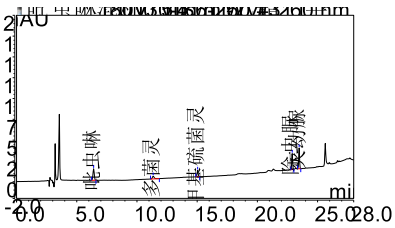


图 2、混标 0.5µg/mL 图谱

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:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

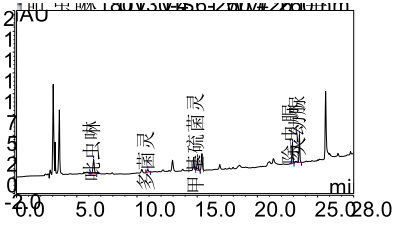


图 3、青菜样加标 1mg/kg 图谱

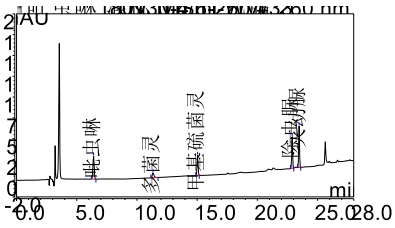


图 4、混标 1μg/mL 图谱

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:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

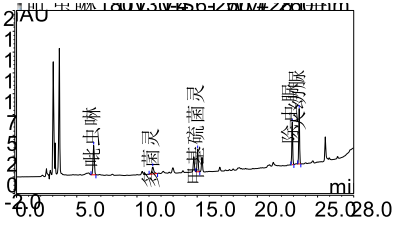


图 5、青菜样加标 2mg/kg 图谱

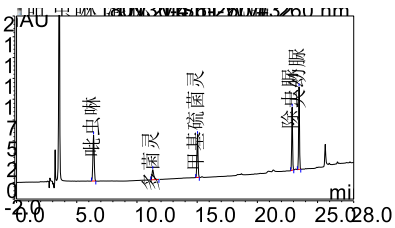


图 6、混标 2µg/mL 图谱

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:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

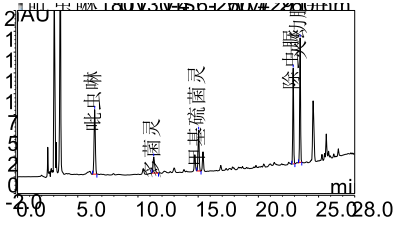


图 7、青菜样加标 4mg/kg 图谱

表 2. 加标回收率结果

	加标量 mg/kg	回收率%
吡虫啉	1	118
多菌灵	1	104
甲基硫菌灵	1	118
除虫脲	1	106
灭幼脲	1	108
吡虫啉	2	110
多菌灵	2	120
甲基硫菌灵	2	105
除虫脲	2	118
灭幼脲	2	117
吡虫啉	4	112
多菌灵	4	118
甲基硫菌灵	4	120
除虫脲	4	113
灭幼脲	4	115

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:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

结论：由表 1、2 可知，采用固相萃取和 QuEChERS 两种前处理方法，结合高效液相色谱检测果蔬种 5 种农残，加标量为 1.0mg/kg、2.0mg/kg，4.0mg/kg 回收率都能够满足检测要求。

采用月旭 Ultimate[®]XB-C18(4.6x 250 mm, 5 μm)色谱柱检测能够使吡虫啉、多菌灵、甲基硫菌灵、除虫脲、灭幼脲 5 种农残得到良好的分离，且各种物质峰形良好，保留时间稳定。