

# SN/T 2229-2008 进出口食品中稻瘟灵残留量测定操作要点及优化

在稻瘟灵的检测中，我们进行了多种不同基质的实验方案探究包括大米、龙利鱼、茶叶等，本次解析以茶叶中稻瘟灵的测定为例。

## 一、提取步骤：

称取试样 5g，加入 5g 无水硫酸钠和 20mL 乙腈，涡旋混匀 2min。超声提取 10min，8000 rpm 离心 5min，将上清液通过通过装有无水硫酸钠的滤纸过滤脱水于 100mL 浓缩瓶中。再用 20mL 乙腈重复提取一次，合并提取液于 100mL 浓缩瓶中，在旋转蒸发器上 45℃ 浓缩至干，加入 6mL 正己烷溶解残渣待净化。

原标准中的提取步骤为：试样称取 2g，加入 4mL 饱和氯化钠溶液，涡旋混匀 0.5min。放置 0.5h，加入 20mL 乙腈，用均质器以 10000r/min 均质 2min，4000 rpm 离心 5min，将上清液转移至 100mL 浓缩瓶中。再用 20mL 乙腈重复提取一次，合并提取液于 100mL 浓缩瓶中，在旋转蒸发器上 55℃ 浓缩约 5mL，浓缩提取液转移至 250mL 分液漏斗中，加入 100mL 硫酸钠溶液和 40mL 正己烷，振摇 2min，静置分层，将上清液通过上清液通过装有无水硫酸钠的滤纸过滤脱水于 200mL 浓缩瓶中。再用 40mL 正己烷重复提取一次，合并提取液于 200mL 浓缩瓶中，45℃ 旋转浓缩至干，加入 5mL 正己烷溶解残渣待净化。

本实验针对原标准进行了以下分析及优化：在实际茶叶样品的操作中，标准中采用了乙腈提取，再将提取液转移至分液漏斗中，加入硫酸钠溶液和正己烷进行液液萃取，溶剂置换为正己烷后进行旋蒸浓缩，然后再进行过柱净化，但我们按标准的操作步骤实际进行操作发现，回收率只有 60%，我们进行了减少称样量、增加正己烷体积等操作，发现均不能得到很好的实验结果。因此我们采用去掉正己烷萃取这一操作，只用乙腈进行提取，同时将无水硫酸钠代替饱和氯化钠溶液，以达到更好的除水效果，按此方案得到的回收率为 103%。

## 二、SPE 净化步骤：

标准中采用石墨炭黑柱与弗罗里硅土柱串联净化后，再用 HLB 固相萃取柱进行净化，具体操作如下：

SPE 柱：石墨炭黑柱，1000ng/6mL；弗罗里硅土柱，1000ng/6mL；

活化：3mL 丙酮、5mL 正己烷；

上样：待净化液全部上样，弃去流出液

洗脱：石墨炭黑柱与弗罗里硅土柱串联后，加入 10mL 正己烷-丙酮（8:2）洗脱，收集流出液，洗脱液经 60℃ 氮吹仪吹干，用 6mL 30% 甲醇溶液溶解残渣转移到 HLB 固相萃取柱中

活化：3mL 甲醇、3mL 水

上样：待净化液全部上样，弃去流出液

洗脱：加入 14mL 80% 甲醇溶液洗脱，收集流出液

洗脱液经 60℃ 氮吹至约 3mL 后，加入 5mL 正己烷和 5mL 硫酸钠水溶液，涡旋混匀，3000r/min 离心 3min，取上清液上机测定

但在实际进行操作中，我们采用 Carb、Florisil PR、BFP 固相萃取柱进行净化操作时，发现回收率只有 70%左右，而去掉 BFP 固相萃取柱后，回收率为 105%，且上机测定发现用 Carb、Florisil PR 柱已经可以达到净化效果，因此在我们的实验方案中去掉了 BFP 固相萃取柱，具体前处理实验过程和结果如下：

SPE 柱：Welchtron®Carb，规格：1000ng/6mL；Welchtron®Florisil PR，规格：1000 ng/6mL。

活化：3mL 丙酮，5mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速在 1mL/min-2 mL/min，弃去流出液；

洗脱：石墨炭黑柱与弗罗里硅土柱串接，加入 10mL 正己烷-丙酮（8:2）溶液洗脱，控制流速在 1mL/min-2 mL/min，收集流出液于 15 mL 离心管中；

复溶：60°C 氮吹至干，准确加入 1mL 正己烷溶解残渣，过 0.22µm 有机系滤膜后上 GC 检测。

### 三、色谱条件：

色谱柱：VM1701 30\*0.32\*0.25

升温程序：150°C（4min），30°C/min 上升至 260°C（5min），20°C/min 升至 270°C（10min）

进样口：260°C，分流进样，分流比：20:1

检测器：350°C

进样量：1µL

载气流量：1.0 mL/min

### 四、色谱图及加标回收率结果：

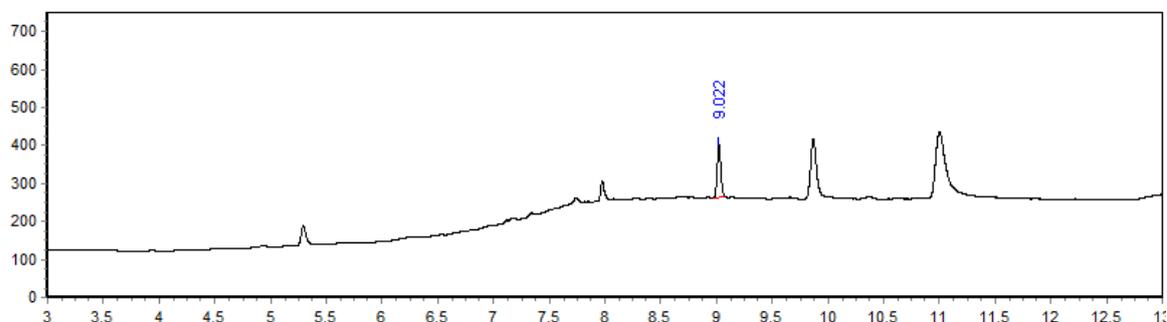


图 1. 稻瘟灵标准品 50µg/L 图谱

峰名称	保留时间	峰高	峰面积	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
	min	Hz	Hz*s	%		(#)
稻瘟灵	9.022	136.70	313.36	100	1.124	349636

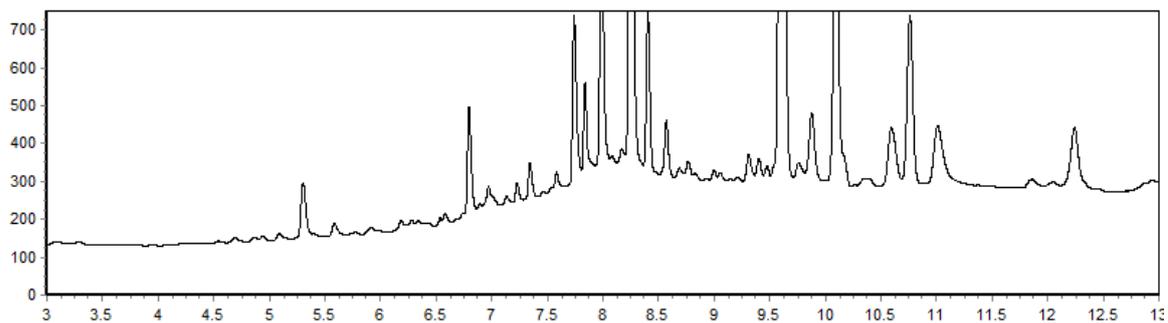


图 2 茶叶样品空白图谱

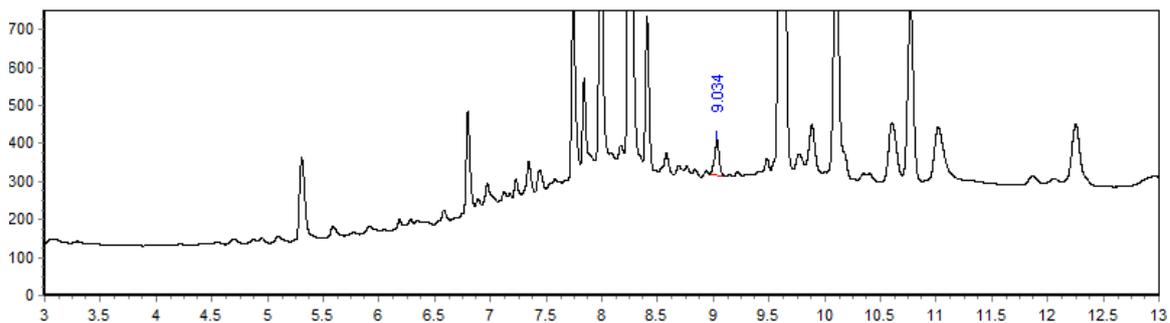


图 3 茶叶样品加标 10ng/g 图谱

表 1. 加标回收率表

样品名称	加标水平 $\mu\text{g}/\text{kg}$	平均回收率%	RSD %
茶叶	10	103.15	0.65