

出口食品中螺虫乙酯残留量的测定

1、适用范围

本标准规定了出口食品中螺虫乙酯残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于大豆、小麦、白菜、荔枝和葡萄干等出口食品中螺虫乙酯残留量的定量测定。（本实验样品为白菜）

参考标准：《SN/T 4891-2017 出口食品中螺虫乙酯残留量的测定 高效液相色谱法和液相色谱-质谱/质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 50%乙腈：量取 50mL 乙腈和 50mL 水，混匀。
- 2) 乙腈-水（60+40）：量取 600mL 乙腈和 400mL 水，超声混匀。
- 3) 螺虫乙酯标准储备液：称取 5mg 螺虫乙酯，用乙腈定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。
- 4) 螺虫乙酯标准工作液：吸取 0.4mL 标准储备液，用乙腈定容至 10mL，配制成 20 μ g/mL 的标准工作液。

3、提取步骤

样品前处理：将样品经搅拌机搅碎，冷藏保存，备用

准确称取 10.0 g 白菜试样（精确至 0.01g）于 50 mL 离心管中，加入 20mL 乙腈，20000r/min 均质提取 3min，加入 6.0g 无水硫酸镁，1.0g 无水乙酸钠，混匀，静置 2min，7000r/min 离心 3min。准确吸取 10mL 提取液于 15mL 离心管中，在 40 $^{\circ}$ C 下水浴氮气吹干，加入 2mL 乙酸乙酯超声溶解残渣，4000r/min 离心 3min，上清液待净化。



4、净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Alumina-B 小柱，规格：1000mg/3mL

活化：10mL 乙酸乙酯，弃去；

上样：待净化液全部上样，残渣再用 2mL 乙酸乙酯洗涤两次，离心，上清液转移上柱，收集；

洗脱：25mL 乙酸乙酯，收集；

浓缩：40°C水浴减压旋蒸至 2mL，转移至 15mL 离心管中，用 5mL 乙酸乙酯分三次洗涤鸡心瓶并转移至离心管中，于 40°C下氮吹至近干，加入 1.0mL 50%乙腈超声溶解残渣，再加入 0.5mL 正己烷，涡旋 1min，4000r/min 离心 3min，取下层溶液过 0.22μm 微孔滤膜，用液相色谱测定。

5、注意事项

- 1) 加标水平：10.0g 样品中加入 100μL 20μg/mL 标准工作液，因此加标水平为 0.2mg/kg，最终机度数为 1.0μg/mL。

6、色谱条件

6.1 高效液相色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6×250mm，5μm

流动相：乙腈-水（60+40）

流速：1.0mL/min

柱温：30°C



进样量：20 μ L

检测波长：225nm

7、色谱图或者加标回收率结果

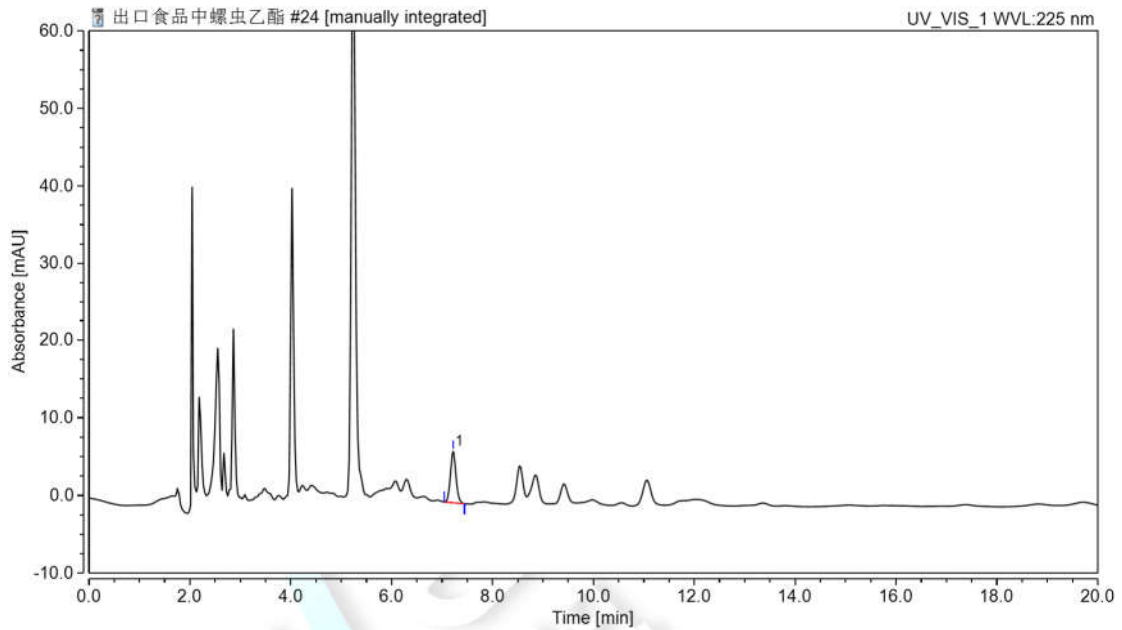


图 1.螺虫乙酯空白加标 1.0 μ g/mL 图谱

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)
螺虫乙酯	7.218	0.8375	6.63	100.00	1.10	n.a.	21606



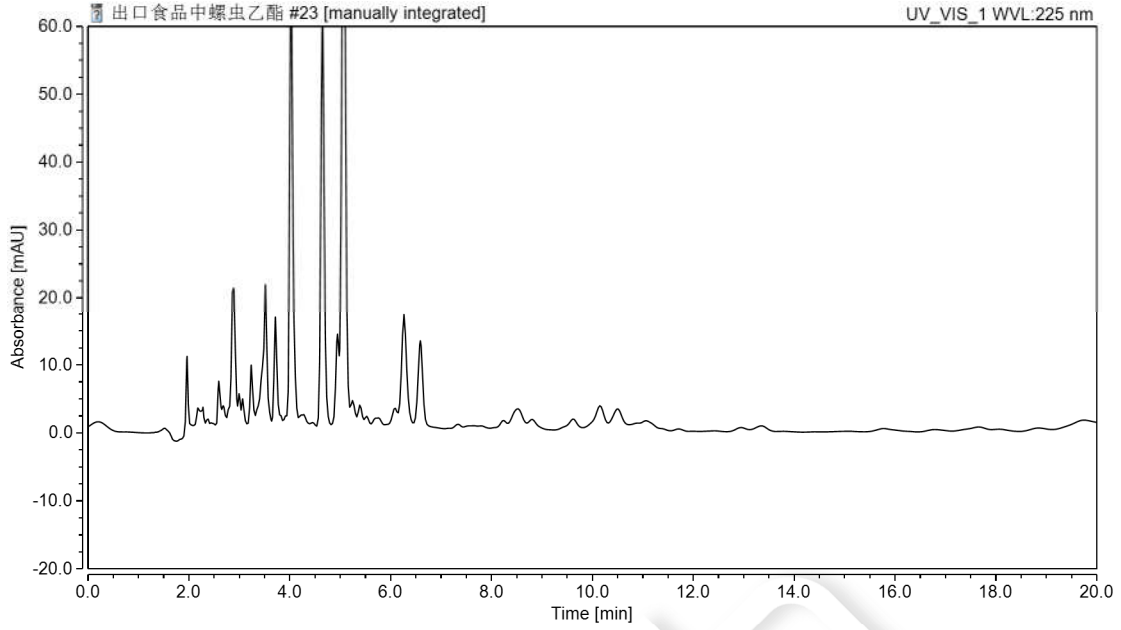


图 2.白菜样品空白图谱

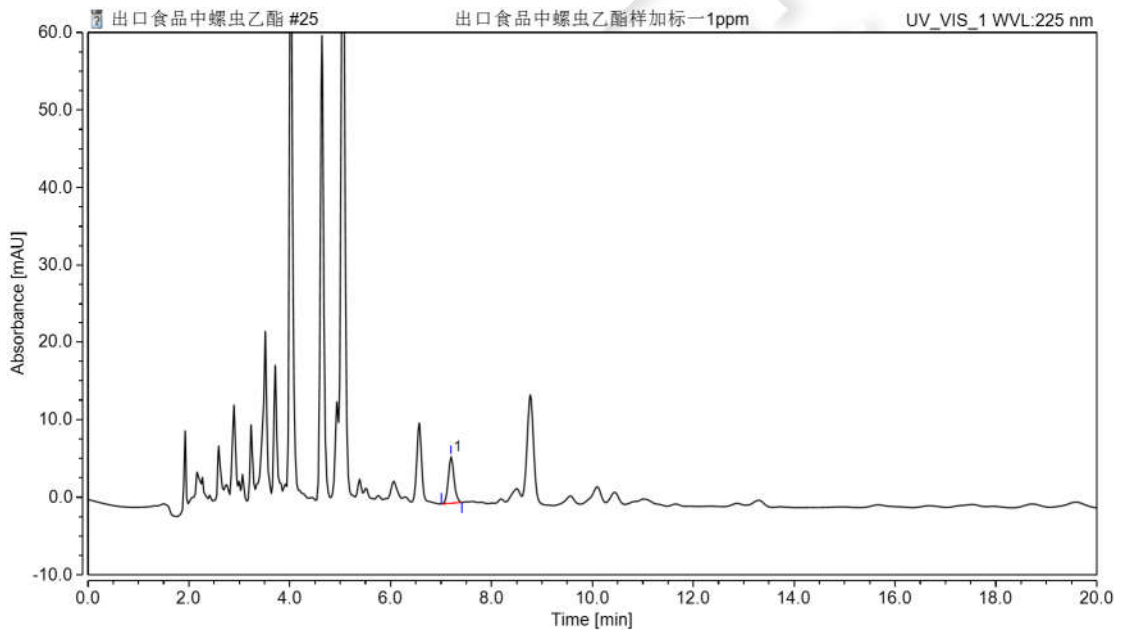


图 3.白菜样品加标 0.2mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
螺虫乙酯	0.2mg/kg	96.99%	3.82%



8、相关产品信息

货号	名称	规格
00520-20068	SPE 小柱	Welchrom® Alumina-B,1000mg/3mL, 50pk
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	液相色谱柱	Ultimate®XB-C18,4.6×250mm,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	螺虫乙酯标准品	CAS 号:203313-25-1

