

生花生仁中多菌灵的分析方法

AF10188

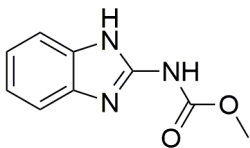
应用及技术服务部-王欢

摘要: 本实验依据 NY/T 1680-2009 建立了生花生仁中多菌灵的前处理方法, 样品经乙腈提取, QuEChERS 净化管 (MS-PA0250) 净化, Venusil XBP C18(L) 色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 离子对试剂作为流动相洗脱, 高效液相色谱仪 (HPLC) 检测, 外标法进行定量, 结果表明, 当多菌灵的加标量为 0.1 mg/kg 时, 回收率为 81.5%, 可以满足检测要求。

关键词: 多菌灵; 生花生仁; QuEChERS; Venusil XBP C18(L); HPLC;

样品信息

表 1. 多菌灵样品信息

样品名称	英文名	结构式	分子式	分子量	CAS 编号
多菌灵	Carbendazim		C ₉ H ₉ N ₃ O ₂	191.19	10605-21-7

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱仪;

试剂材料

甲醇、乙腈均为色谱纯; 癸烷磺酸钠; 无水硫酸镁;

多菌灵标准品 (纯度 > 99%), 丙酮溶解;

离子对试剂: 吸取 7 mL 磷酸于 200 mL 水中, 加入 1 g 癸烷磺酸钠, 溶解, 再加入 10 mL 三乙胺, 用水稀释至 1000 mL, 摇匀;



QuEChERS 净化管: MS-PA0250, 内含 50 mg PSA, 150 mg 无水硫酸镁。

样品制备

样品提取

称取 12.5 g 打碎的花生仁样品于 50 mL 离心管中, 加入 12.5 mL 乙腈, 高速匀浆 2 min, 加入 0.5 g 无水硫酸镁, 剧烈振摇 1 min, 2500 r/min 离心 5 min, 上清液待净化。

样品净化

取上述待净化液 1 mL 置于 QuEChERS 净化管 (MS-PA0250) 中, 涡旋振荡 1 min, 2500 r/min 离心 5 min, 准确移取 0.5 mL 上清液, 加入离子对试剂 0.5 mL, 摇匀后过 0.22 μm 尼龙针式过滤器, 待检测。

色谱条件

色谱柱: Venusil XBP C18(L), 5 μm , 150 \AA , 4.6 \times 250 mm;

流动相: 甲醇+离子对试剂=40+60 (V/V);

波 长: 275 nm;

柱 温: 45 $^{\circ}\text{C}$;

流 速: 1.25 mL/min;

进样量: 40 μL 。

结果与讨论

实验结果

由表 2 可知, 采用 QuEChERS 方法结合 HPLC 检测花生仁中的多菌灵, 当添加水平为 0.1 mg/kg 时, 回收率均为 81.5%, 满足检测要求。由图 1 ~ 图 3 可知, QuEChERS 净化管净化效果良好, 用 Venusil XBP C18(L) 色谱柱检测多菌灵, 峰形良好, 保留时间稳定。

表 2. 多菌灵加标回收实验结果(n=3, 添加水平 0.1 mg/kg)

物质名称	保留时间/min	平均回收率/%	RSD/%
多菌灵	9.831	81.5	4.6



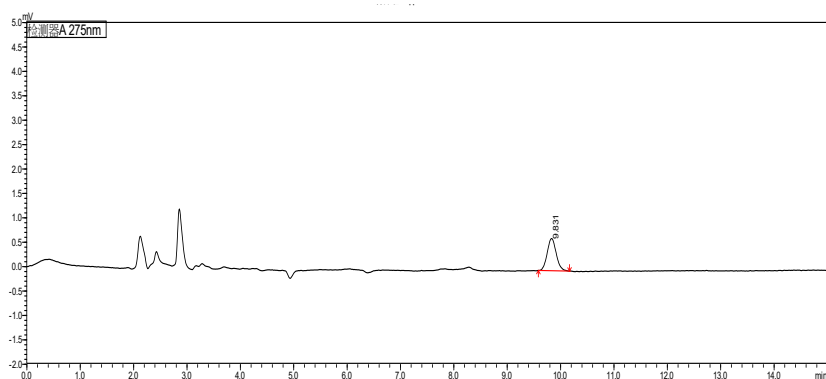


图 1. 0.05 µg/mL 多菌灵标准溶液色谱图

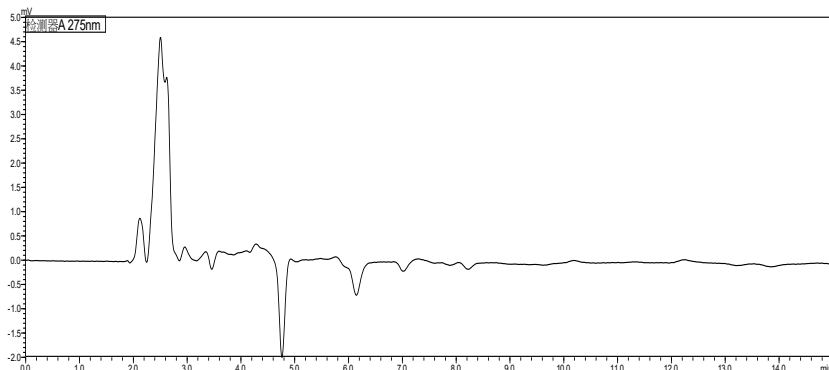


图 2. 生花生仁基质空白色谱图

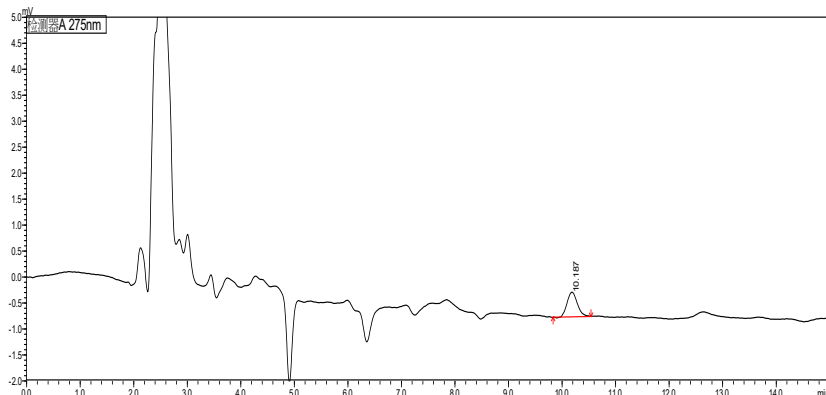


图 3. 0.1 mg/kg 生花生仁基质加标色谱图

结论

本实验依据 NY/T 1680-2009, 建立了生花生仁中多菌灵的前处理方法, 并结合 HPLC 对生花生仁中多菌灵的含量进行了测定。结果表明, 当加标量为 0.1 mg/kg 时, 多菌灵的回收率为 81.5%, 能够满足检测要求。说明 QuEChERS 净化管 (MS-PA0250) 可用于生花生仁中多菌灵的检测。



附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
Venusil XBP C18(L)	5 μm , 150 Å, 4.6 \times 250 mm	1 支	VX952505-L
QuEChERS 净化管	2 mL 离心管	100 支/pk	MS-PA0250
1.5 mL 样品瓶	短螺纹棕色带书写处 32 \times 11.6 mm	100/pk	AV1111-0
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45° Shore A; 1.0 mm	100/pk	AV2100-A
针式过滤器(Nylon)	单膜, 13 mm, 0.22 μm	200 个/包	AS021320
一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包	LZSQ-2ML

