

NY/T 1455-2007 水果中腈菌唑残留量测定操作要点及优化

一、适用范围：

适用于水果中腈菌唑残留量的测定（该实验选用基质为苹果）

二、提取步骤：

称取试样 5g (± 0.05 g) 于 50 mL 离心管中，加入 5g 氯化钠和 20 mL 乙腈，涡旋混匀 2 min，超声提取 10 min，6000 r/min 离心 5 min。吸取 10 mL 上清液于 15 mL 离心管中，40°C 氮吹至近干，加入 2 mL 丙酮溶解残渣待净化。

原标准中的提取步骤为：试样称取 25g，加入 50 mL 乙腈，在匀浆机中高速匀浆 2 min 后用滤纸过滤，滤液收集到装有 5g-7g 氯化钠的 100 mL 具塞量筒内，收集滤液 40 mL-50 mL，盖上盖子，剧烈振荡 1 min，室温下静置 10 min，使乙腈和水相分层。

吸取 10 mL 乙腈相溶液，放入烧杯中，将烧杯放在水浴锅（80°C）上加热，通入氮气蒸发至近干，加入 2 mL 丙酮待净化。

本实验针对原标准进行了以下优化：

- ① 由于具塞量筒在实验室不经常使用，因此本实验减少称样量和提取液的用量，并选用了离心管来进行提取。
- ② 本实验所用苹果已经经过预先搅碎混匀，因此将匀浆后过滤改为超声提取后离心，促进有机相和水相更好的分层。
- ③ 由于标准制作时间相对较早，对于溶液浓缩采用的是水浴锅 80°C 加热这种较落后的处理办法，因此我们在操作中改为了氮吹操作。

三、SPE 净化步骤：

SPE 柱：弗罗里硅土柱，1000 mg/6 mL

活化：5 mL 正己烷-丙酮（8:2）、5 mL 正己烷

上样：待净化液全部上样，收集流出液

洗脱：加入 20 mL 正己烷-丙酮（70:30）洗脱，收集流出液

原标准中的 SPE 净化步骤为：

SPE 柱：弗罗里硅土柱，1000 mg/6 mL

活化：5 mL 正己烷-丙酮（8:2）、5 mL 正己烷

上样：待净化液全部上样，收集流出液

洗脱：加入 40 mL 正己烷-丙酮（70:30）洗脱，收集流出液

操作要点及解读：

① 减少洗脱液用量至 20 mL，仍可将目标物完全洗脱，并能减少试剂消耗和简化操作。

② 在 SPE 净化过程中，淋洗液可润洗离心管后并入 SPE 小柱。

四、色谱条件：

色谱柱：VM5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm

柱温：120°C（1min），30°C/min 上升至 260°C（4min），20°C/min 上升至 270°C（3min）

进样口：260°C，无分流进样，0.80min 后开阀

ECD 检测器：280°C

进样量：1μL

载气流量：1.0 mL/min

原标准中的色谱条件为：

色谱柱：SPB 608 30m×0.53mm×0.5μm

升温程序：120°C（1min），30°C/min 上升至 260°C（4min）

进样口：260°C，无分流进样，0.80min 后开阀

ECD 检测器：280°C

进样量：1μL

载气流量：1.0 mL/min

本实验针对原标准进行了以下优化：

① 更换相近性质色谱柱

② 升温程序增加 20°C/min 升至 270°C，保持 3min 的过程，降低未除净杂质对下一针的干扰

五、色谱图及加标回收率结果：

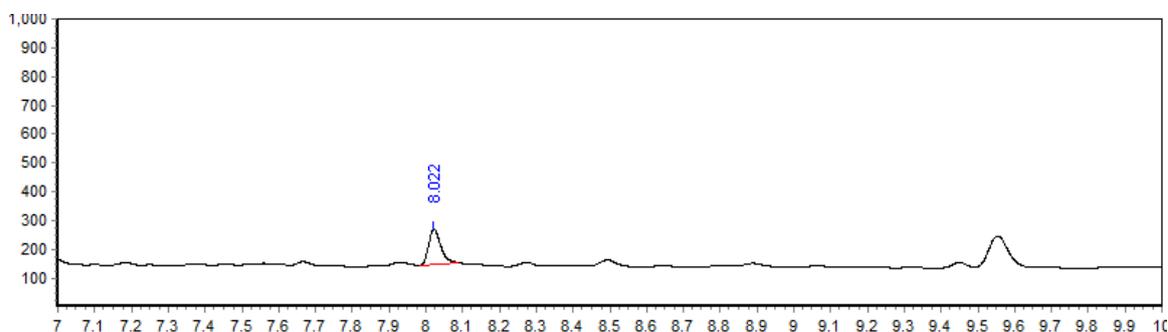


图 1. 腈菌唑标准品 25μg/L 图谱

| 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 | % | | (EP) |
| 腈菌唑 | 8.022 | 122.48 | 282.26 | 100 | 1.391 | 296809 |

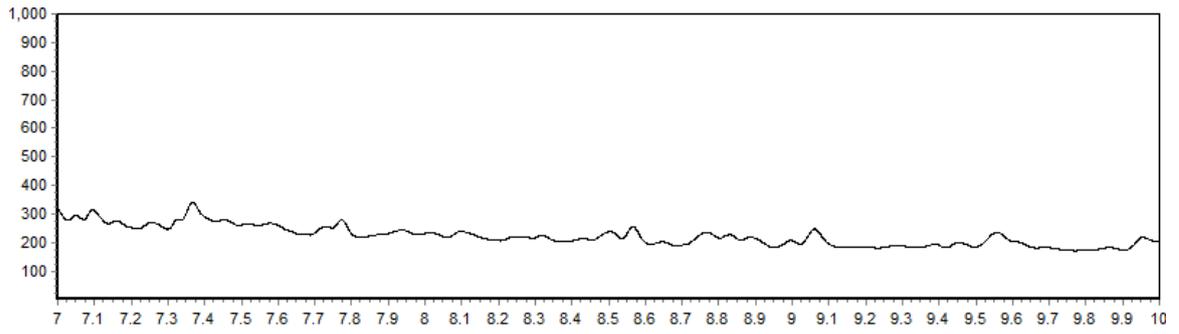


图 2 苹果样品空白图谱

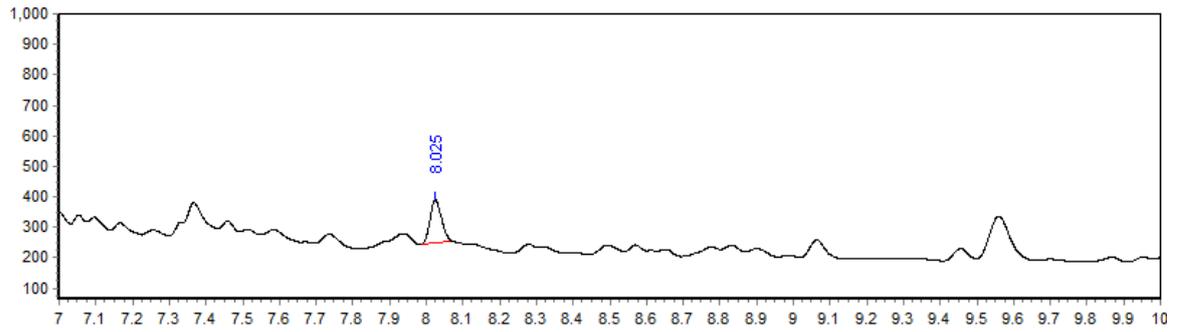


图 3. 苹果样品加标 10ng/g图谱

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 % |
|------|------------------------------|--------|-------|
| 苹果 | 10 | 104.13 | 2.38 |