

## 1、适用范围

适用于食品中多种拟除虫菊酯农药残留量的测定（本实验采用纯牛奶和奶粉为样品）

参考标准：《GB23200.85-2016 食品安全国家标准 乳及乳制品多种拟除虫菊酯农药残留量的测定 气相色谱-质谱法》

## 2、溶液的配制

- 1) 8种拟除虫菊酯类农药标准品储备液（固体标准品）/单标：称取适量标准物质，用适量丙酮溶解，浓度为100 $\mu$ g/mL。
- 2) 8种拟除虫菊酯类农药标准中间液/混标：准确移取8种拟除虫菊酯类农药标准储备液各1mL，混合并用丙酮稀释至10mL，浓度为10 $\mu$ g/mL。
- 3) 正己烷-乙酸乙酯（9-2）：量取90mL正己烷，20mL乙酸乙酯，混匀。

## 3、提取步骤

液体试样：称取2.0g样，加入0.5氯化钠，5mL乙腈，涡旋超声10min，并离心8000r/min（5min），准确移取上清液，再加入5mL乙腈提取一次，涡旋超声10min，并离心8000r/min（5min），合并两次上清液，准确移取5.0mL乙腈，于40 $^{\circ}$ C氮吹至1mL左右，待净化。

粉状试样：称取2.0g样，加入0.5氯化钠，5mL水，5mL乙腈，涡旋超声10min，并离心8000r/min（5min），准确移取上清液，再加入5mL乙腈提取一次，涡旋超声10min，并离心8000r/min（5min），合并两次上清液，准确移取5.0mL乙腈，于40 $^{\circ}$ C氮吹至1mL左右，得到净化液一。

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:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

## 4、SPE 净化步骤

SPE①柱：月旭 Welchrom®C18E 规格： 500mg/3mL。

活化： 5mL 乙腈，弃去

上样：待净化液一，收集

洗脱： 6mL 乙腈，收集于 15mL 离心管中，并压干。

于 40℃氮吹至近干左右，加入 1mL 正己烷复溶，得到待净化液二。

SPE②柱：月旭 Welchrom®Florisil PR 规格： 500mg/3mL。

活化： 5mL 正己烷-乙酸乙酯（9-2），弃去

上样：待净化液二，收集

洗脱： 5mL 正己烷-乙酸乙酯（9-2），并压干。

于 40℃氮吹至近干左右，加入 1mL 正己烷复溶，待检测

## 5、注意事项

1) 加标水平： 2g 样中加入 0.2 mL 10µg/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 1mg/kg ，机读数为 1µg/mL。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

|       |   |
|-------|---|
| 色谱柱   | WM-5MS ,30m*0.25mm, 0.25µm                        |
| 进样口温度 | 250℃  |
| 升温程序  | 初始柱温 50℃，以 20℃/min 升温至 200℃，保持 1min；再以 5℃/min 升温至 |

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:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

|      |                  |
|------|------------------|
|      | 280°C 保持 10min   |
| 载气   | 高纯氦气（纯度>99.999%） |
| 进样方式 | 无分流进样            |
| 恒流模式 | 1mL/min          |
| 进样量  | 1μL              |

## 6.2 质谱条件

|       |             |
|-------|-------------|
| 电离方式  | 电子轰击电离源（EI） |
| 电离能量  | 70eV        |
| 传输线温度 | 280°C       |
| 离子源温度 | 250°C       |
| 四极杆温度 | 150°C       |
| 监测方式  | 选择离子扫描（SIM） |
| 溶剂延迟  | 8.5min      |

## 7、色谱图或者加标回收率结果

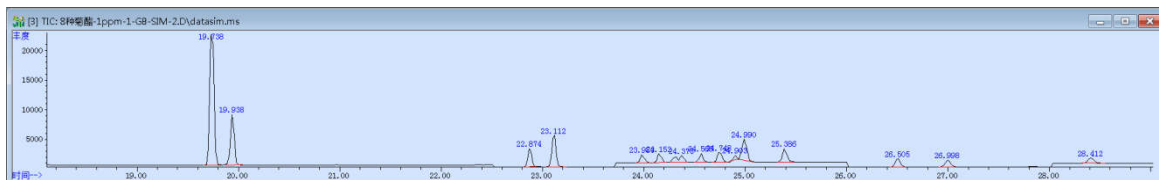


图 1 8 种拟除虫菊酯混标标准品 1μg/mL 图谱

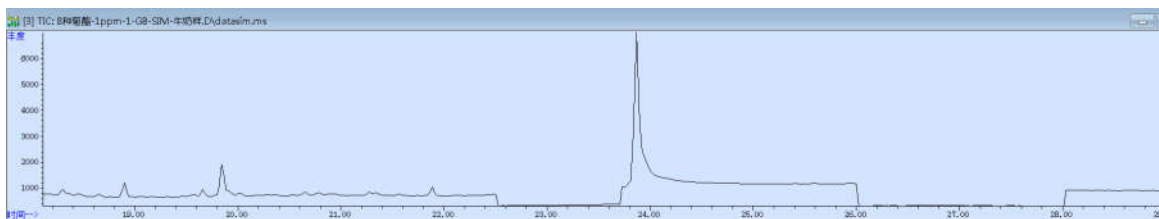


图 2 纯牛奶样过柱图谱

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:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

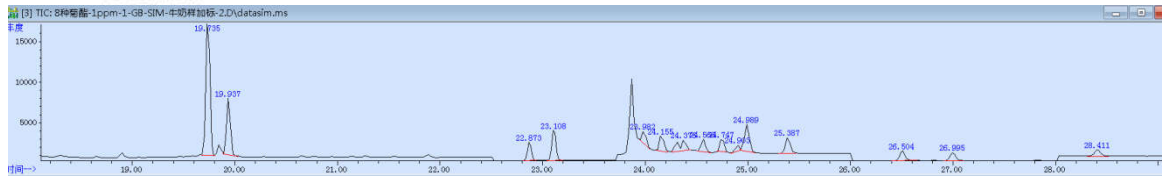


图 3 .纯牛奶样加标 2mg/kg 过柱图谱

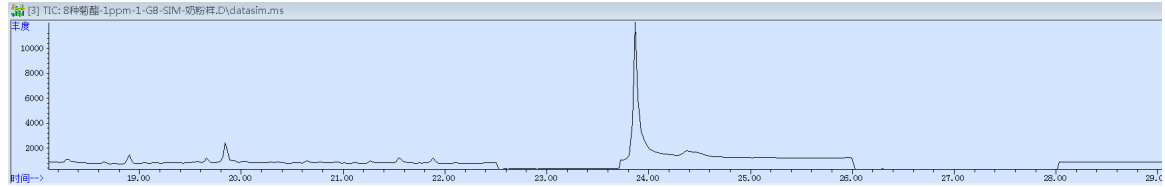


图 4 奶粉样过柱图谱

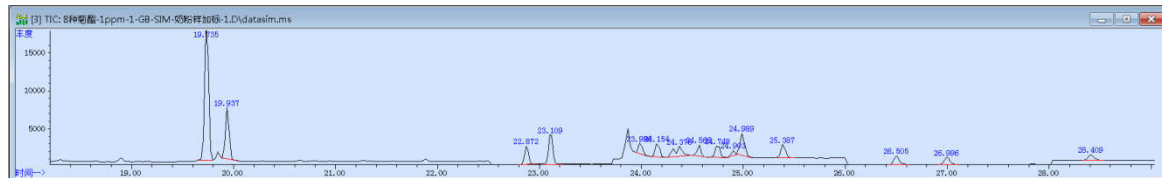


图 5.奶粉样加标 2mg/kg 过柱图谱

表 2. 回收表

| 基质    | 加标水平   | 名称    | 平均回收率 | RSD 值  |
|-------|--------|-------|-------|--------|
| 牛奶    | 1mg/kg | 联苯菊酯  | 71%   | 5.53%  |
|       |        | 甲氰菊酯  | 81%   | 2.38%  |
|       |        | 氯菊酯   | 77%   | 8.08%  |
|       |        |       | 72%   | 5.37%  |
|       |        | 氟氯氰菊酯 | 117%  | 5.13%  |
|       |        |       | 132%  | 0.24%  |
|       |        |       | 124%  | 6.64%  |
|       |        | 氯氰菊酯  | 108%  | 1.11%  |
|       |        |       | 96%   | 15.82% |
|       |        |       | 101%  | 7.07%  |
| 氟氰戊菊酯 | 98%    | 6.00% |       |        |
|       | 91%    | 2.86% |       |        |
| 氰戊菊酯  | 90%    | 8.49% |       |        |

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:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

|    |      |        |         |        |
|----|------|--------|---------|--------|
| 奶粉 |      |        | 88%     | 8.68%  |
|    |      | 溴氰菊酯   | 95%     | 1.48%  |
|    |      | 联苯菊酯   | 70.31%  | 6.50%  |
|    |      | 甲氰菊酯   | 72.19%  | 5.05%  |
|    |      | 氯菊酯    | 75.09%  | 4.98%  |
|    |      |        | 73.19%  | 4.83%  |
|    |      | 氟氯氰菊酯  | 105.44% | 3.25%  |
|    |      |        | 112.54% | 5.27%  |
|    |      |        | 131.89% | 6.86%  |
|    |      | 氯氰菊酯   | 94.75%  | 10.28% |
|    |      |        | 96.36%  | 3.22%  |
|    |      |        | 154.14% | 13.18% |
|    |      | 氟氰戊菊酯  | 85.25%  | 7.69%  |
|    |      |        | 83.49%  | 0.11%  |
|    |      | 氰戊菊酯   | 80.13%  | 5.17%  |
|    |      |        | 83.51%  | 3.56%  |
|    | 溴氰菊酯 | 80.28% | 2.82%   |        |

## 8、相关产品信息

| 货号          | 名称           | 规格  |
|-------------|--------------|---|
| 00516-20005 | SPE 小柱       | Welchrom® Florisil PR,500mg/3mL,50pk              |
| 00559-11005 | SPE 小柱       | Welchrom® C18E,500mg/3mL,50pk                     |
| 00837-05002 | 15mL 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, 15mL, 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        |
| 03904-22001 | 气相色谱柱        | WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25µm                        |
| 00826-71870 | 联苯菊酯标准品      | CAS No.:82657-04-3, 1000µg/mL 于正己烷,1.1mL          |

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:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

|                        |          |  |
|------------------------|----------|--|
| 00826-F012S01M<br>ACVC | 甲氰菊酯标准品  | CAS No.:39515-41-8, 1000 $\mu$ g/mL 于正己烷,1.1mL |
| 00826-P033P250         | 氯菊酯标准品   | CAS No.:52645-53-1, 250mg                      |
| 00826-C136S01M<br>ANVC | 氟氯氰菊酯标准品 | CAS No.:68359-37-5, 1000 $\mu$ g/mL 于乙腈,1.1mL  |
| 00826-F020P250         | 氰戊菊酯标准品  | CAS No.:51630-58-1, 250mg                      |
| 00826-F067S01M<br>ANVC | 氟氰戊菊酯标准品 | CAS No.:70124-77-5,1000 $\mu$ g/mL 于 乙腈,1.1mL  |
| 00826-F020P250         | 氰戊菊酯标准品  | CAS No.:51630-58-1, 250mg                      |
| 00826-D015P250         | 溴氰菊酯标准品  | CAS No.:52820-00-5, 250mg                      |

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:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com