

## 出口食品中硫丹残留量的测定 SN/T1873-2019

### 1、适用范围

适用于食品中  $\alpha$  硫丹、 $\beta$  硫丹和硫丹硫酸酯残留量的气相色谱-质谱检测方法。  
(本实验样品为大米)

参考标准《SN/T1873-2019 出口食品中硫丹残留量的测定》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：分别精密称取  $\alpha$  硫丹和硫丹硫酸酯标准品 1mL，于 10mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 0.1mg/mL 的标准贮备液，4°C 保存。
- 2) 标准工作液：分别准确移取  $\alpha$  硫丹和硫丹硫酸酯标准贮备液 1mL，用丙酮稀释至 10mL，配置成 10 $\mu$ g/mL 的混合标准工作液，4°C 保存。
- 3) 二氯甲烷-正己烷（95-5）：将 95mL 二氯甲烷与 5mL 正己烷，混匀备用。

### 3、提取步骤

称取 5g 样品于 50mL 离心管中，加入 20mL 正己烷，涡旋，超声 20min，离心 5min (4000r/min)。用移液管从离心管中准确移取 10mL 上层正己烷，放入 15mL 离心管中，40°C 氮吹至 1-2mL，待净化。

### 4、净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Florisil PR, 1g/6mL



活化：10mL 二氯甲烷-正己烷（95-5），弃去

上样：待净化液全部上样，收集于鸡心瓶中；

洗脱：20mL 二氯甲烷-正己烷（95-5）洗脱，合并流出液，最后压干小柱。

复溶：40°C旋蒸至干，再用乙腈定容至 2mL 复溶溶解，待检测。

## 5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样品中加入 0.04mL 10 $\mu$ g/mL 混合标准工作液，定容至 2mL，因此加标水平为 0.08mg/kg，最终机度数为 0.2 $\mu$ g/mL。
- 2) 若样品含有水，可在小柱上装无水硫酸钠用于除水。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 $\mu$ m
进样口温度	280°C
升温程序	初始温度为 90°C，保持 5min；再以 5°C/min 升温至 280°C，再以 10°C/min 升温至 300°C，保持 5min。
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.2mL/min
进样量	1 $\mu$ L

### 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	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子监测
溶剂延迟	17min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

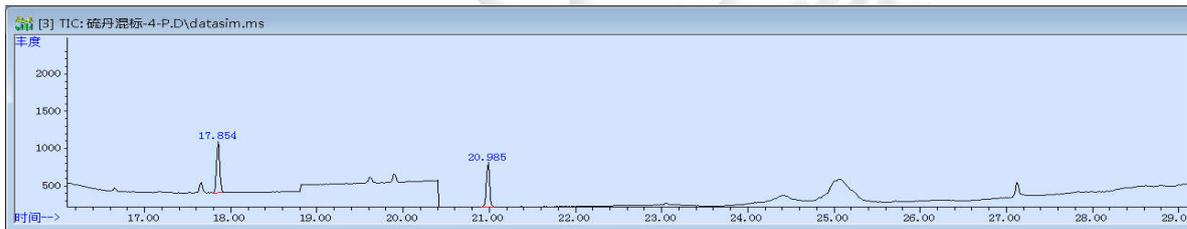


图 1.硫丹混标 0.2 $\mu$ g/mL 图谱

物质	保留时间	峰宽	面积	开始时间	结束时间
$\alpha$ 硫丹	17.854	0.04	17099	17.795	17.925
硫丹硫酸酯	20.985	0.043	15264	20.916	21.042

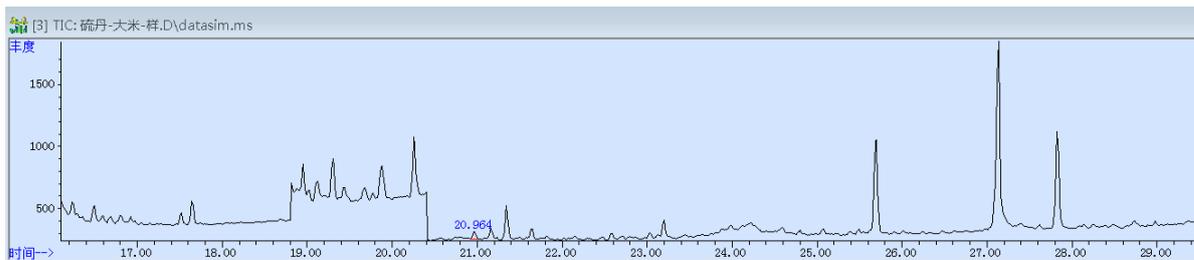


图 2.大米样品空白图谱



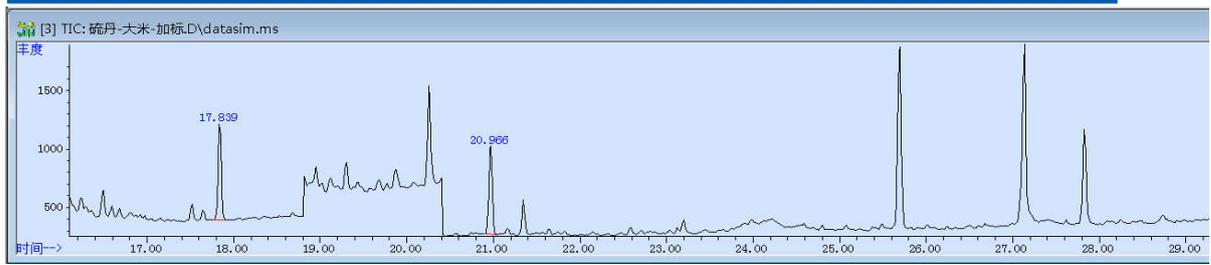


图 3.大米样品加标 0.08mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
α 硫丹	0.08mg/kg	95%	3.4%
硫丹硫酸酯	0.08mg/kg	117%	2.4%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 固相萃取小柱	Welchrom® Florisil PR,1000mg/6mL,30pk
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
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
	α 硫丹	CAS 号: 959-98-8
	硫丹硫酸酯	CAS 号: 1031-07-8

