

食品中苯氟磺胺残留量的测定

1、适用范围

适用于食品中苯氟磺胺残留量的测定。（该实验选用基质为大米、黄瓜）

参考标准：《SN/T 0491-2019 出口植物源食品中苯氟磺胺残留量检测方法》

2、溶液的配制

1) 标准储备液：准确称取 1mg 苯氟磺胺标准品，用丙酮稀释并定容至 10mL，浓度为 100 μ g/mL。

2) 标准工作液：准确移取标准储备液 0.1mL，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 1 μ g/mL。

3、提取步骤

称取 5g 样品（精确至 0.01g）于 50mL 离心管中，加入 10g 无水硫酸钠，20mL 乙腈，涡旋混匀，超声提取 10min，4000r/min 离心 10min，移取上层提取液于鸡心瓶中；再加入 15mL 乙腈重复提取一次，合并提取液，45 $^{\circ}$ C 下氮吹至干，加入 5mL 正己烷，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Silica，规格：500mg/6mL。

活化：5mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，弃去；

洗脱：加入 6mL 正己烷-乙醚（3:47）洗脱，收集于离心管中，并压干；

浓缩：45 $^{\circ}$ C 氮吹至近干，用正己烷定容至 1mL，过膜后待检测。



5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样品中加入 0.1mL 1 μ g/mL 标准中间液，定容至 1mL，因此加标水平为 20 μ g/kg，最终机度数为 0.1 μ g/mL。
- 2) 本实验标准品溶液用空白基质溶液进行配置。

6、色谱条件

色谱柱	WM-1701, 30.0m \times 0.32mm \times 0.25 μ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
检测器 (ECD) 温度	300 $^{\circ}$ C
载气	N ₂
进样方式	不分流进样
载气流量	1.0 mL/min
进样量	2 μ L
升温程序	90 $^{\circ}$ C (2min), 30 $^{\circ}$ C/min 上升至 200 $^{\circ}$ C, 5 $^{\circ}$ C/min 升至 250 $^{\circ}$ C (3min) ;

7、色谱图或者加标回收率结果

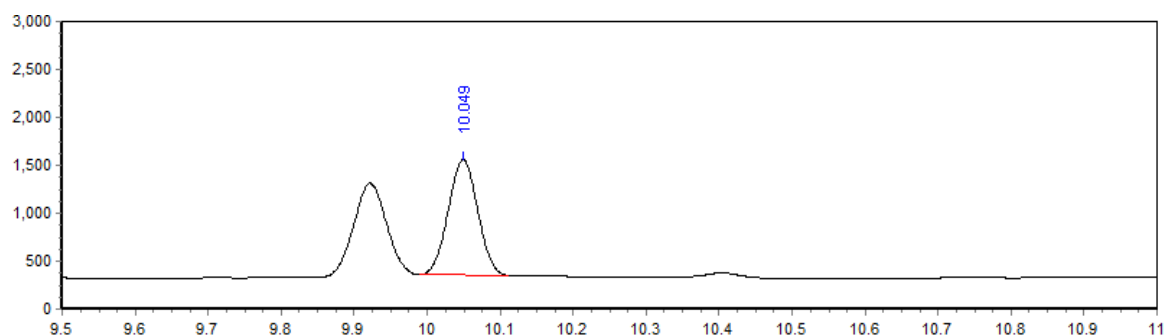


图 1、苯氟磺胺标准品 100 μ g/L 图谱



表 1、出峰情况

峰名称	保留时间 min	峰高 Hz	峰面积 Hz*s	相对峰面 积%	分离度	塔板数 (EP)
苯氟磺胺	10.039	563.53	1579.32	100	0	9597

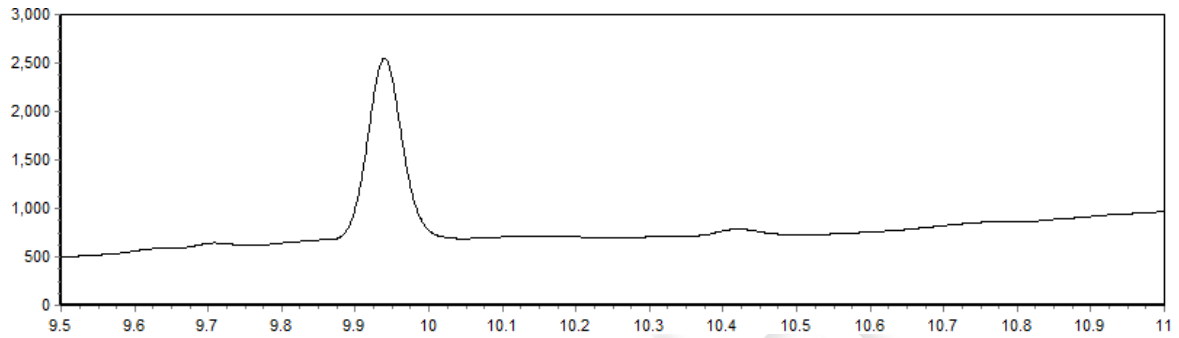


图 2、大米样品空白图谱

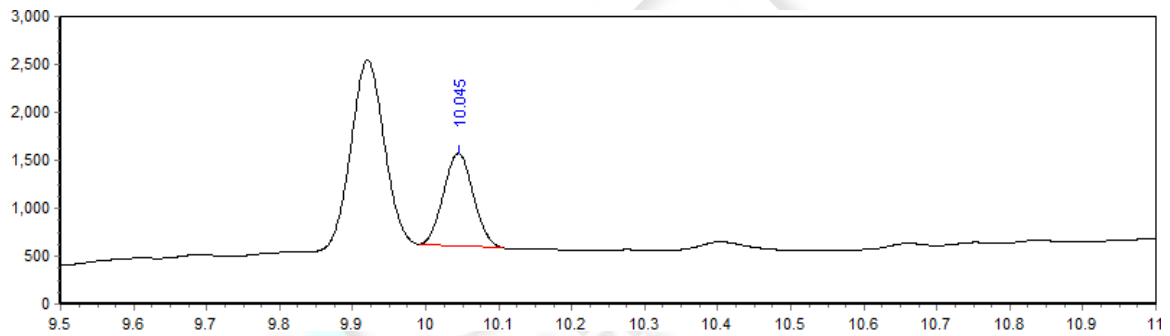


图 3、大米样品加标 20µg/kg 图谱

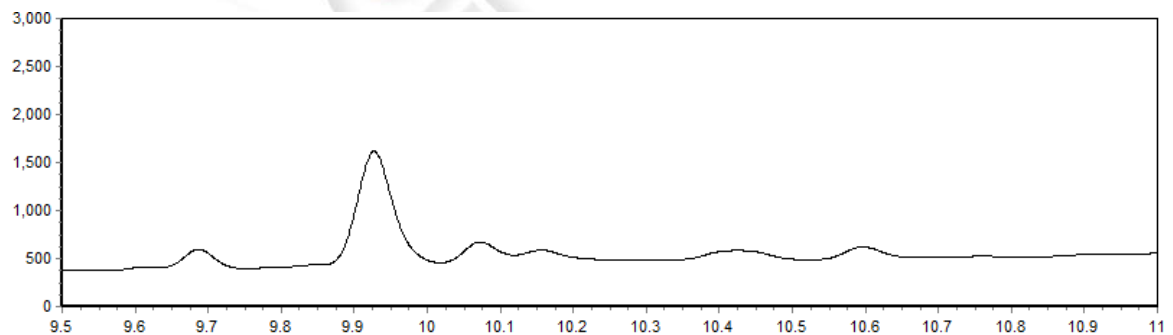


图 4、黄瓜样品空白图谱



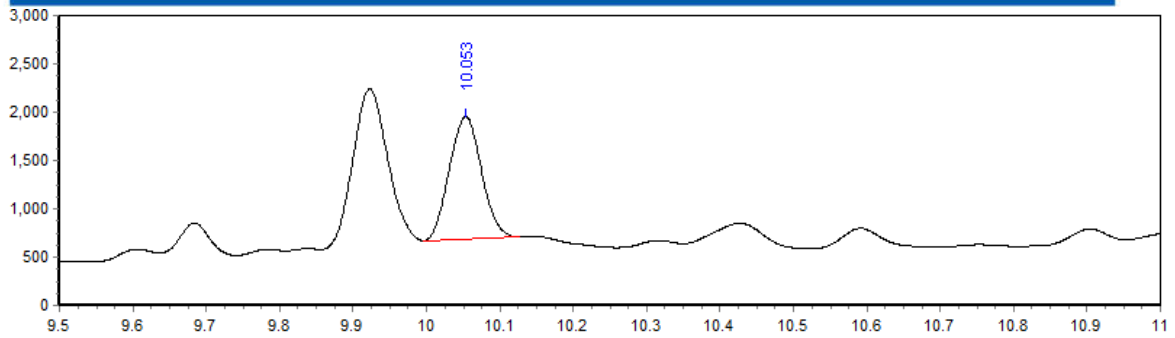


图 5、黄瓜样品加标 20 μ g/kg 图谱

表 2、加标回收率表

基质	加标水平 μ g/kg	平均回收率%	RSD %
大米	20	80.00%	0.25%
黄瓜	20	109.22%	3.89%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00500-11006	SPE 小柱	Welchrom [®] Silica,500mg/6ml,30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	Welchrom [®] 离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50ml, 50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	Welchrom [®] 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	固相萃取装置	Welch 固相萃取装置, 12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom [®] 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	Welchrom [®] 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
03907-32001	气相色谱柱	WM-1701, 30.0m \times 0.32mm \times 0.25 μ m
00826-D145P100	苯氟磺胺(抑菌灵)标准品	A2S, CAS No.:1085-98-9,100mg

