

植物源性食品中茚虫威残留量的测定

1、适用范围

适用于植物源性食品中茚虫威残留量的测定（该实验选用基质为茶叶）。

参考标准：《SN/T 1971-2007 进出口食品中茚虫威残留量的检测方法 气相色谱法和液相色谱-质谱/质谱法》

2、溶液的配制

1) 标准储备液：准确称取 1mg 茚虫威标准品，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，用正己烷稀释至 10mL，浓度为 1 μ g/mL。

3) 丙酮-正己烷（1:2）：量取 100mL 丙酮和 200mL 正己烷，混匀备用。

3、提取步骤

称取 1g 样品（精确至 0.01g）于 15mL 离心管中，加入 2mL 饱和氯化钠溶液，加入 3mL 丙酮-正己烷（1:2），涡旋混匀，超声提取 20min，2500r/min 离心 3min，移取上层提取液于另一 15mL 离心管中；残渣再加入 3mL 丙酮-正己烷（1:2）重复提取两次，合并提取液，35 $^{\circ}$ C 下氮吹至约 1mL，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Carb，规格：250mg/3mL。

活化：3mL 丙酮-正己烷（1:2），弃去；

上样：待净化液全部上样，收集；



洗脱：加入 6mL 丙酮-正己烷（1:2）洗脱，收集于离心管中，并压干；

浓缩：35°C氮吹至近干，用丙酮定容至 1mL，过膜后待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：1g 样品中加入 0.05mL 1 μ g/mL 标准中间液，定容至 1mL，因此加标水平为 50 μ g/kg，最终机度数为 0.05 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-5MS, 30.0m \times 0.25mm \times 0.25 μ m
进样口温度	220°C
检测器（ECD）温度	280°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°C（2min），20°C/min 上升至 240°C（3min），20°C/min 升至 270°C（15min）；

7、色谱图或者加标回收率结果



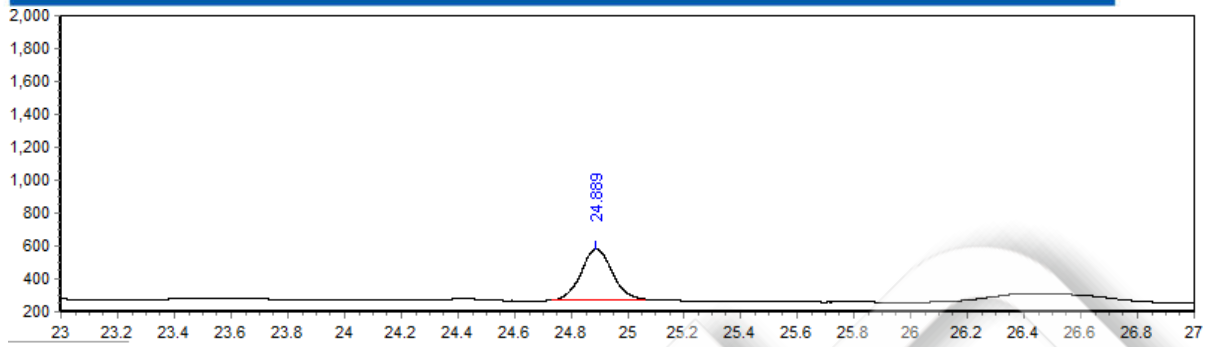


图 1. 茚虫威标准品 0.05µg/mL 图谱

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)
茚虫威	24.889	307.57	2337.28	100	0	253647

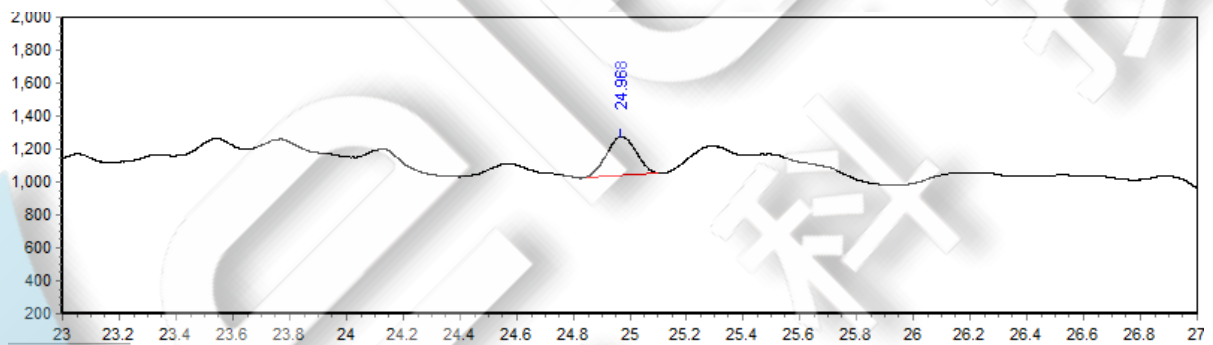


图 2. 茶叶样品空白图谱

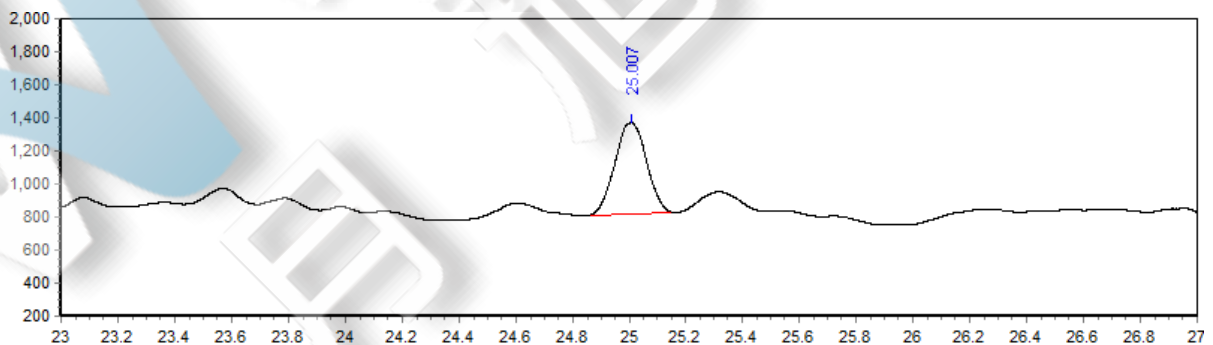


图 3. 茶叶样品加标 50µg/kg 图谱

表 2、加标回收率表



基质	本底值 $\mu\text{g}/\text{kg}$	加标水平 $\mu\text{g}/\text{kg}$	平均回收率%	RSD %
茶叶	36.9	50.0	112.26%	3.88%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00517-20012	SPE 小柱	Welchrom [®] Carb,250mg/3mL,50pk
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
03904-22001	气相毛细管柱	WM-5MS, 30.0m \times 0.25mm \times 0.25 μm
00826-I011P100	茚虫威标准品	A2S, CAS No.:144171-61-9,100mg

