

食品中炔草酯残留量的检测 GB23200.60-2016

1、适用范围

适用于食品中炔草酯的测定。（本实验样品为茶叶样）

参考标准《GB 23200.60-2016 食品安全国家标准 食品中炔草酯残留量的检测方法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：称取炔草酯标准品 1mg，于 10mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 0.1mg/mL 的标准贮备液，于 4℃保存。
- 2) 标准工作液：准确移取标准贮备液 0.05mL，用乙酸乙酯稀释至 5mL，配置成 1μg/mL 的混合标准工作液，现配现用。
- 3) 乙酸乙酯-环己烷（1-1）：量取 100mL 乙酸乙酯和 100mL 环己烷，混匀备用。
- 4) 乙酸乙酯-环己烷（1-6）：量取 10mL 乙酸乙酯和 60mL 环己烷，混匀备用。
- 5) 乙酸乙酯-环己烷（2-1）：量取 20mL 乙酸乙酯和 10mL 环己烷，混匀备用。

3、提取步骤

样品前处理：将样品经搅拌机搅碎，冷藏保存，备用

称取 2.5g 样品于 50mL 离心管中，加入 15mL 水，混匀后静置 1h，加入 20mL 乙酸乙酯-环己烷（1-1），涡旋，超声 10min，离心 5min(6000r/min)，移取上清液于鸡心瓶中，再用 20mL 乙酸乙酯-环己烷（1-1）提取两次，合并三



次上清液，40℃水浴旋转至近干，用乙酸乙酯-环己烷（1-1）复溶并定容至 1mL，待净化。

4、净化步骤

SPE 柱： Welchrom® Carb/PSA,50mg/50mg/1mL,100pk

活化： 3mL 乙酸乙酯-环己烷（1-6），弃去

上样：待净化液全部上样，收集于 15mL 离心管中；

洗脱： 2mL 乙酸乙酯-环己烷（2-1）洗脱，合并流出液，最后压干小柱。

浓缩： 40℃氮吹至干后，用乙酸乙酯复溶并定容至 1mL，待测

5、注意事项

- 1) 加标水平： 2.5g 样品中加入 0.05mL 0.1µg/mL、1µg/mL 混合标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.002mg/kg、0.02mg/kg，最终机度数为 0.005µg/mL、0.05µg/mL。
- 2) 注意静置时间，不能过短。
- 3) 注意标品需要现配现用。

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	50°C, 保持 1min, 以 10°C/min 升温至 280°C, 保持 10min。
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min
进样量	1 μ 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	250°C
四极杆温度	150°C
监测方式	349, 267, 238
溶剂延迟	21min

7、色谱图或者加标回收率结果

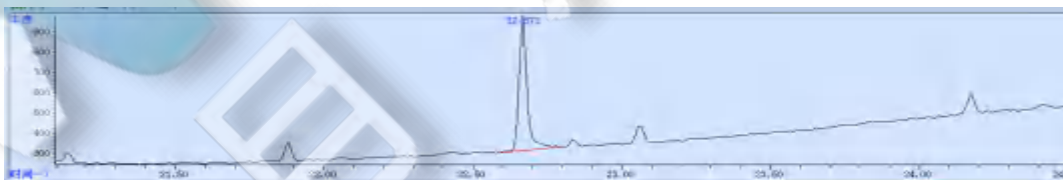


图 1. 炔草酯 0.005 μ g/mL 图谱

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
炔草酯	22.664	M	0.029	14969	22.606	22.714



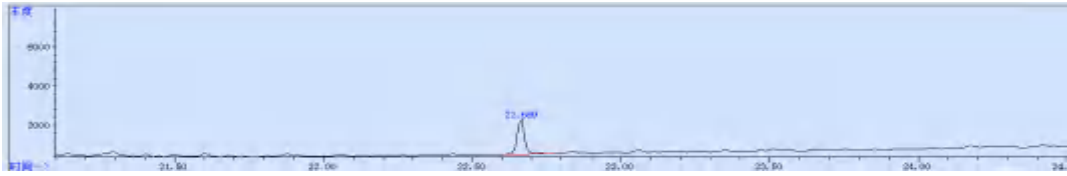


图 2. 炔草酯 0.05 μ g/mL 图谱

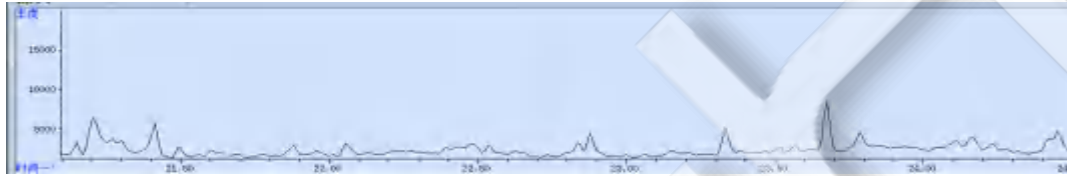


图 3. 茶叶样品空白图谱

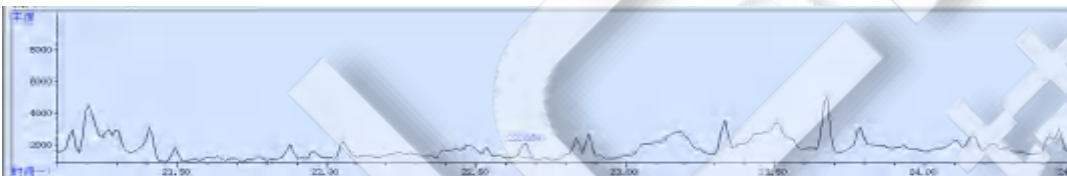


图 4. 茶叶样品加标 0.002mg/kg 图谱

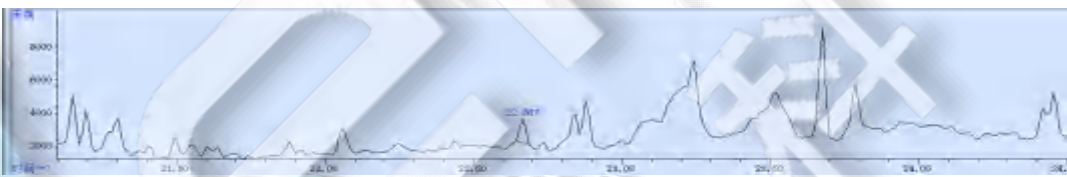


图 5. 茶叶样品加标 0.02mg/kg 图谱

表 1. 加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
炔草酯	0.002mg/kg	103%	3.75%
	0.02mg/kg	104%	2.63%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
----	----	----



005PM-033-100	SPE 固相萃取小柱	Welchrom® Carb/PSA,50mg/50mg/1mL,100pk
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
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
	炔草酯	CAS 号: 105512-06-9

