

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 μ 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 μ 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 10 μ g/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 1mg/kg，机读数为 1 μ g/mL。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m*0.25mm, 0.25 μ m
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℃ 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℃
离子源温度	250℃
四极杆温度	150℃
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

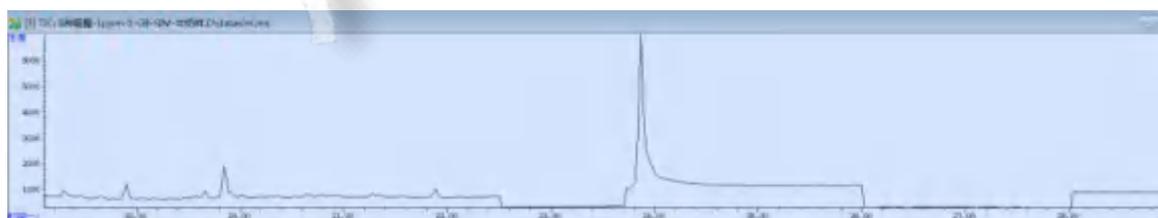


图 2 纯牛奶样过柱图谱

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

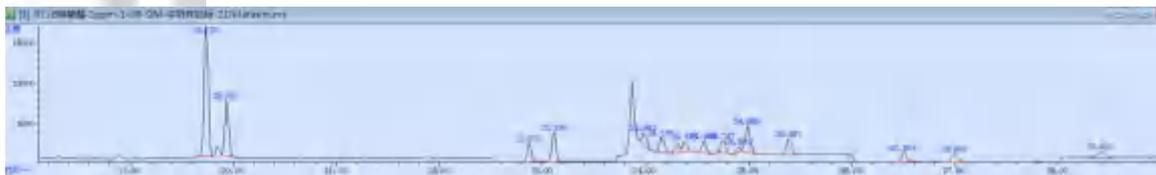


图 3 .纯牛奶样加标 2mg/kg 过柱图谱

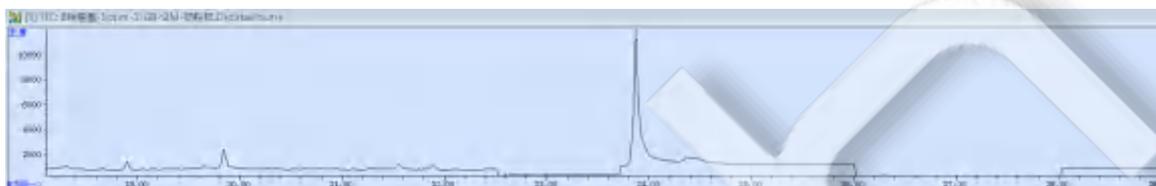


图 4 奶粉样过柱图谱



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 ACVC	甲氰菊酯标准品	CAS No.:39515-41-8, 1000 μ g/mL 于正己烷,1.1mL
00826-P033P250	氯菊酯标准品	CAS No.:52645-53-1, 250mg
00826-C136S01M ANVC	氟氯氰菊酯标准品	CAS No.:68359-37-5, 1000 μ g/mL 于乙腈,1.1mL
00826-F020P250	氰戊菊酯标准品	CAS No.:51630-58-1, 250mg
00826-F067S01M ANVC	氟氰戊菊酯标准品	CAS No.:70124-77-5,1000 μ 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