

食品中联苯菊酯残留量检测方法

1、适用范围

适用于食品中联苯菊酯残留量的气相色谱-质谱检测方法（本实验采用鸡肉为样品）。

参考标准《SN/T 1969-2007 食品安全国家标准 食品中联苯菊酯残留量检测方法》

2、溶液的配制

- 1) 乙酸乙酯-石油醚溶液（5:95）：取 5 mL 乙酸乙酯，加入 95mL 石油醚，摇匀备用。
- 2) 正己烷-丙酮溶液（1:1）：取 100 mL 正己烷，加入 100mL 丙酮，摇匀备用。
- 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) 联苯菊酯标准储备液：准确称取联苯菊酯标准物质 5.0mg，用正己烷配制成 500 μ g/mL 标准储备液，标准储备溶液避光于 0~4 $^{\circ}$ C 保存。
- 5) 联苯菊酯标准工作液：准确移取标准贮备液 0.2mL，用正己烷稀释至 10mL，配置成 10 μ g/mL 的标准工作液。

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。

准确称取 5g 试样（精确至 0.01g）于 50 mL 离心管中，加入 15mL 正己烷-丙酮溶液，加入均质子涡旋 1min，加入 2 g 氯化钠，摇匀，并以 4000 r/min 的转速离心 5 min，残渣中加入 15mL 正己烷-丙酮溶液再提取一次，合并提取液，将提取液于 45 $^{\circ}$ C 下减压浓缩至近干，用 10 mL 乙酸乙酯-环己烷溶解残渣，待净化。



4、净化步骤

4.1、凝胶渗透色谱净化步骤：

GPC 仪器型号	月旭 GPC-1600 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25×400mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）
流速	5.0 mL /min
进样量	5.0mL
收集时间	13-27min



将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-环己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 13-27min 馏分，将馏分在 45℃下旋蒸至干，用 5mL 正己烷溶解残渣，待净化。

4.2、小柱净化步骤：

SPE 柱：月旭 Welchrom® Florisil PR，规格：1000mg/6mL。



活化：5 mL 正己烷，弃去；

上样：净化液全部上样，弃去；

淋洗：5mL 正己烷，弃去；

洗脱：10mL 乙酸乙酯-石油醚溶液，压干，接收；

浓缩：洗脱液在 45℃ 下氮吹至干，准确加入 1mL 正己烷，涡旋溶解，待测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样品中加入 100 μ L 10 μ g/mL 混合标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.2mg/kg，最终机度数为 0.5 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

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	270℃
升温程序	70℃，保持 1min，以 20℃/min 升温至 300℃，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	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	联苯菊酯：181/165/166/182

7、色谱图或者加标回收率结果

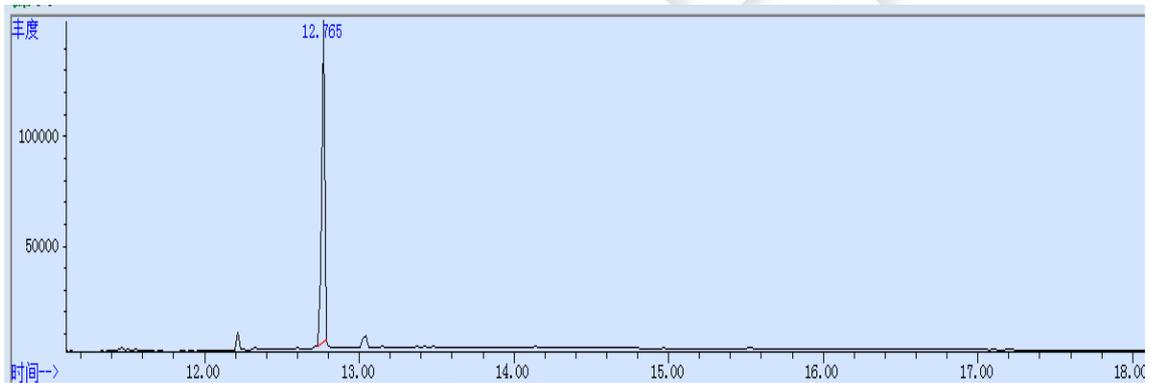


图 1、联苯菊酯空白加标 0.5 μ g/mL 图谱

表 1、出峰情况

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
联苯菊酯	12.765	M	0.022	1961418	12.73	12.786

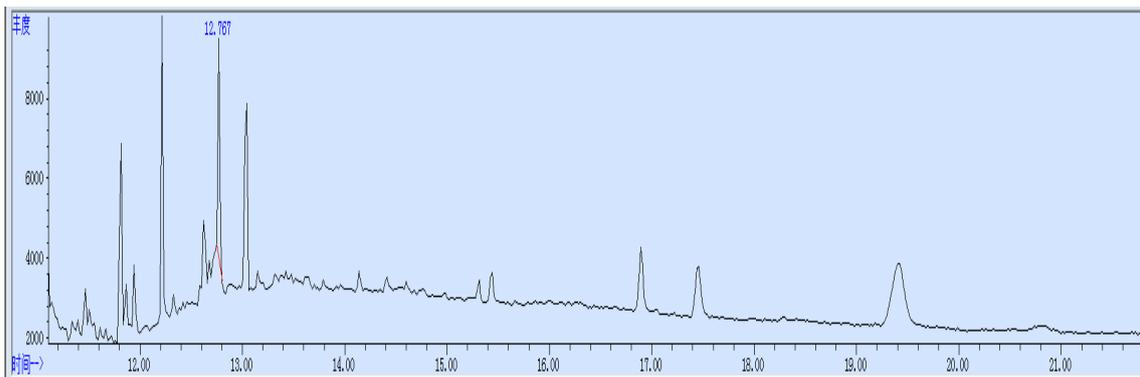


图 2、鸡肉样品空白图谱

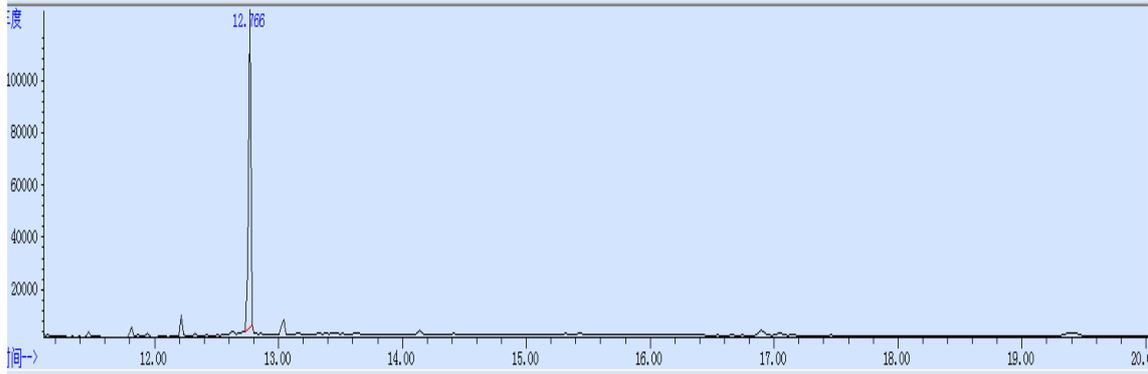


图 3、鸡肉样品加标 0.1mg/kg 图谱

表 2、加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
乙烯菌核利	0.2mg/kg	84.89%	3.11%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads SX3 400*25mm
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	气相色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25 μ m



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
00516-20007	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR,1g/6ml,30pk
00826-B027P100	联苯菊酯标准品	A2S, CAS No.:82657-04-3,100mg

