

## 出口植物源性食品中烯虫酯残留量的测定 SN/T 0693-2019

### 1、适用范围

适用于大米、小麦、玉米、橙子、葡萄、番茄、马铃薯、菠菜、蘑菇、花生和茶叶中烯虫酯残留量的测定。（本实验样品大米）

参考标准《SN/T 0693-2019 出口植物源性食品中烯虫酯残留量的测定》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：精密称取标准品 10mg，于 10mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 1mg/mL 的标准贮备液，于 0℃~4℃冰箱内避光保存。
- 2) 标准中间液：精密量取 1mg/mL 的标准贮备液 0.1mL，于 10mL 容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，配置成 10μg/mL 的标准中间液，于 0℃~4℃冰箱内避光保存。
- 3) 标准工作液：精密量取 10μg/mL 的标准中间液 0.1mL，于 1mL 容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，配置成 1μg/mL 的标准工作液，于 0℃~4℃冰箱内避光保存。
- 4) 正己烷-丙酮溶液：量取 70mL 正己烷，30 mL 丙酮，混匀。

### 3、提取步骤

大米：称取 5g 样品（精确至 0.01g）于 50mL 离心管中，加入 20mL 乙腈，涡旋 1min，超声 10min，离心 5min（5000r/min），吸取上清液于鸡心瓶中，再向残渣中加入 20mL 乙腈重复上述步骤，合并上清液。将提取液置于 40℃水浴中旋转蒸发浓缩至近干，用 2mL 正己烷溶解残渣，待净化。



香菇：称取 5g 样品（精确至 0.01g）于 50mL 离心管中，加入 20mL 乙腈和 5g 氯化钠，涡旋 1min，超声 10min，离心 5min（5000r/min），吸取上清液经无水硫酸钠过滤后收集于鸡心瓶中，再向残渣中加入 4-5mL 水，20mL 乙腈，5g 氯化钠重复上述步骤，合并上清液。将提取液置于 40℃ 水浴中旋转蒸发浓缩至近干，用 2mL 正己烷溶解残渣，待净化。

#### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Carb，规格：250mg/6mL 和 Welchrom® Alumina-N，规格：1000mg/6mL

活化：5mL 丙酮，5mL 正己烷，弃去

上样：待净化液全部上样，收集

洗脱：15 mL 正己烷-丙酮溶液，收集

浓缩：40℃ 水浴旋转蒸发至近干，用正己烷复溶并定容至 1mL，待检测。

#### 5、注意事项

- 1) 加标水平：大米：5g 样品中加入 0.05mL 1 $\mu$ g/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.01mg/kg，最终机度数为 0.05 $\mu$ g/mL。
- 2) 香菇：5g 样品中加入 0.1mL 1 $\mu$ g/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.02mg/kg，最终机度数为 0.1 $\mu$ g/mL。
- 3) 烯虫酯标准工作液不稳定，应现用现配。
- 4) 香菇中含有水分，加入的氯化钠使得提取液乙腈和水分层，第一次提取时分层明显，但第二次提取的时候未见分层，加标回收率低，因此在二次提取时加入了部分水和 5g 氯化钠重新涡旋、超声和离心，回收率达标。



- 5) 提取后旋转蒸发至干和近干回收效果均差不多，但需注意乙腈与正己烷的溶解度很小，会分层，则此时应采用溶剂替换，而不是直接加入正己烷溶解残渣。

## 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°C
升温程序	初始温度为 50°C，保持 1min；以 10°C/min 升温至 280°C，保持 5min
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	2μL

### 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
监测离子（m/z）	153, 191, 278（100: 87: 26）



溶剂延迟

18min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

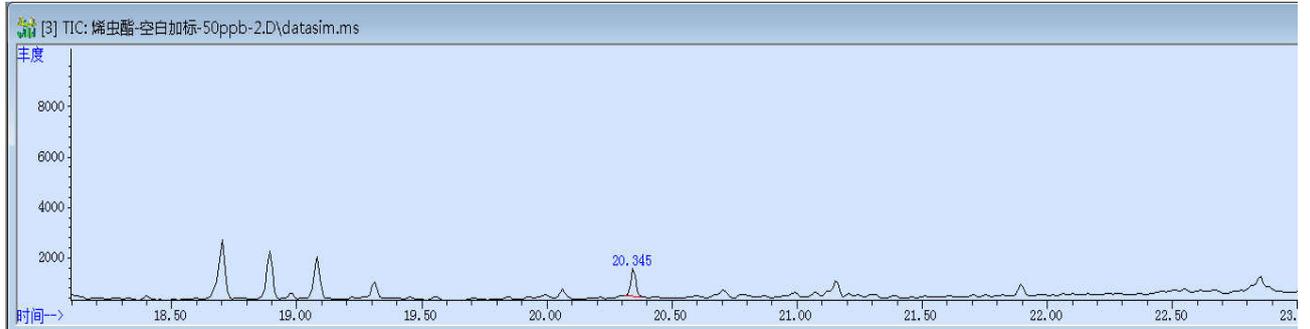


图 1. 烯虫酯空白后加标 0.05µg/mL 图谱

物质	峰号	保留时间	峰宽	面积	开始时间	结束时间
烯虫酯	1	20.345	0.023	14955	20.321	20.373

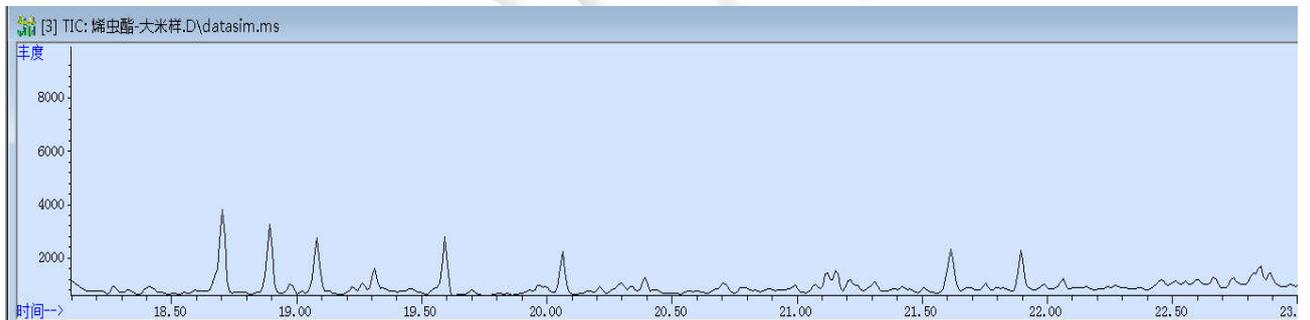


图 2. 大米样品空白图谱

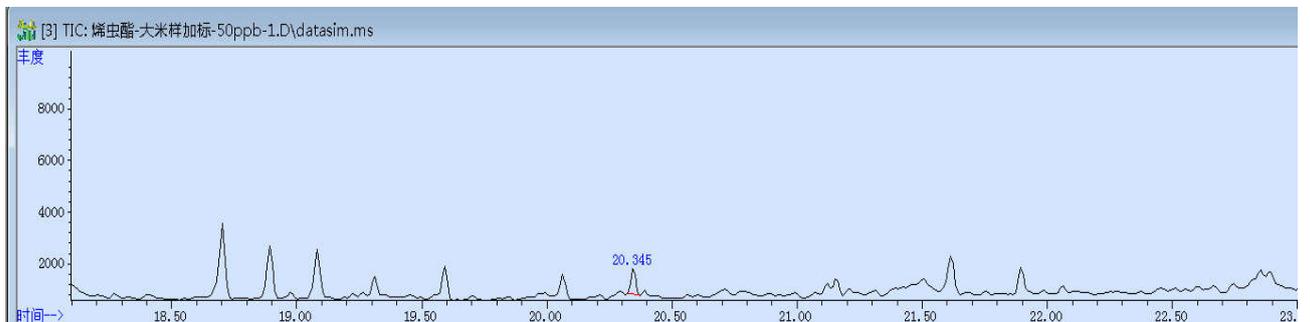


图 3. 大米样品加标 0.01mg/kg 图谱



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: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel: 400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail: lingyuyu @welchmat.com

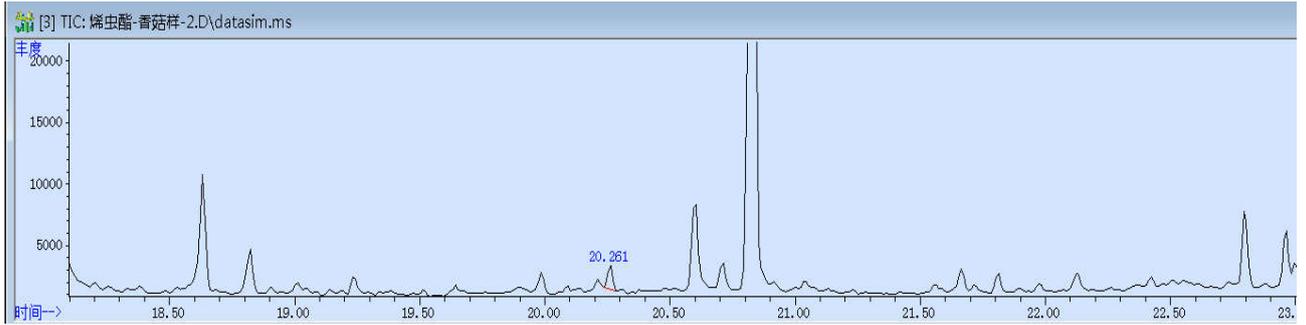


图 4.香菇样品空白图谱

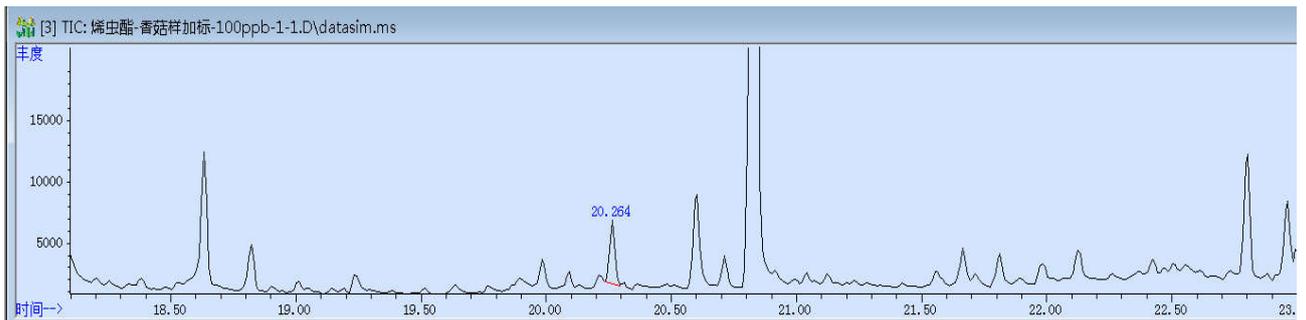


图 5.香菇样品加标 0.02mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

基质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
大米	0.01mg/kg	98%	1.16%
香菇	0.02mg/kg	92%	3.07%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00517-20013	SPE 小柱	Welchrom® Carb,250mg/6ml,30pk
00518-20007	SPE 小柱	Welchrom® Alumina-N,1000mg/6ml,30pk
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/

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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com



		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
	烯虫酯标准品	CAS NO.40596-69-8

