

## 生姜中联苯菊酯残留量的测定 SN/T 1969-2007

### 1、适用范围

适用于食品中联苯菊酯残留量的测定。（本实验样品生姜）

参考标准《SN/T 1969-2007 进出口食品中联苯菊酯残留量的检测方法 气相色谱-质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 联苯菊酯标准储备液：用正己烷稀释并定容，浓度为 100 $\mu$ g/mL。
- 2) 联苯菊酯标准工作液：准确移取 0.1mL 标准储备液，用正己烷稀释至 10mL，浓度为 1 $\mu$ g/mL。
- 3) 丙酮-正己烷（1-1）：量取 100mL 丙酮，100mL 正己烷，混匀。
- 4) 正己烷-乙醚（1-1）：量取 100mL 正己烷，100mL 乙醚，混匀。

### 3、提取步骤

样品经搅碎机搅碎后，冷冻保存，需要时再解冻使用

称取 5 g 样品，加入 4g 氯化钠，加入 15 mL 丙酮-正己烷（1-1），涡旋振荡使样品分散，超声提取 10 min, 4000 r/min 离心 3min, 转移上清液至鸡心瓶中；往残渣中加入 15 mL 丙酮-正己烷(1-1)，再重复提取一次，合并两次上清液，45 $^{\circ}$ C 旋蒸至近干，准确加入 5mL 正己烷，待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Florisil PR, 1g/6mL,

活化：6mL 正己烷-乙醚（1-1），弃去

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

上样：准确移取 1mL 待净化液，收集；

洗脱：10mL 正己烷-乙醚（1-1）洗脱，收集并压干

复溶：40℃水浴氮吹浓缩至近干，并用正己烷定容至 1mL，待检测。

## 5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样品中加入 0.1mL 1 $\mu$ g/mL 标准贮备液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.02mg/kg，最终机度数为 0.02 $\mu$ g/mL。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 $\mu$ m
进样口温度	270 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 70 $^{\circ}$ C，保持 1min；以 20 $^{\circ}$ C/min 升温至 300 $^{\circ}$ 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 $\mu$ 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 $^{\circ}$ C
离子源温度	250 $^{\circ}$ C

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

四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	10min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

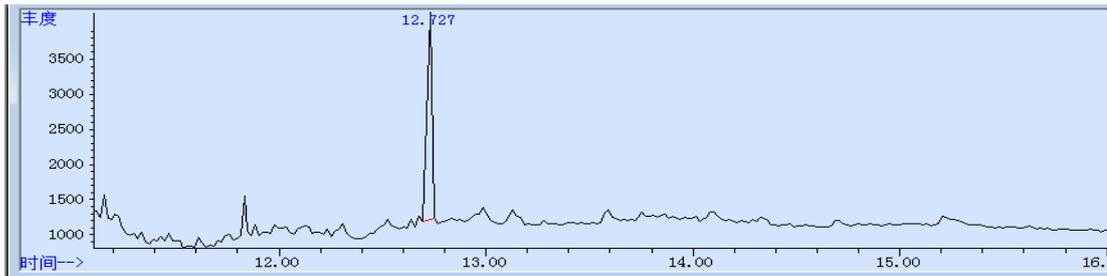


图 1. 联苯菊酯混标 0.02μg/mL 图谱

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
联苯菊酯	12.727	M	0.028	50607	12.693	12.767

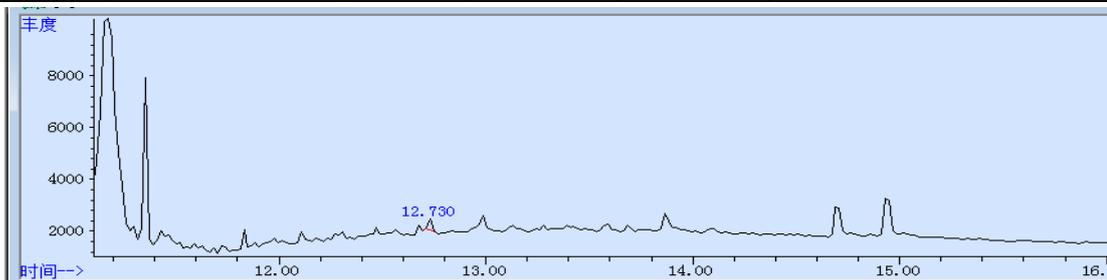


图 2. 生姜样品空白图谱

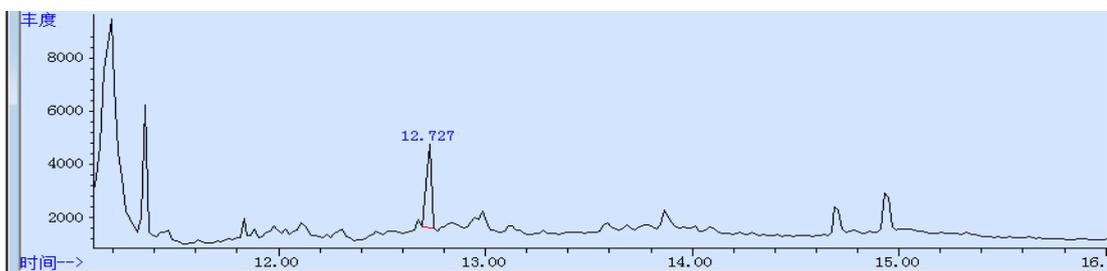


图 3. 生姜样品加标 0.02mg/kg 图谱

表 1. 加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=3)
联苯菊酯	0.02mg/kg	94%	3.80%

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

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR,1000mg/6mL,30pk
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
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

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