

# 植物性食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯多残留的测定

GB 5009.110-2003

## 1、适用范围

适用于植物性食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯多残留的测定（该实验选用基质为大米、黄瓜）

参考标准：《GB 5009.110-2003 植物性食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯多残留的测定》

## 2、溶液的配制

- 1) 标品储备液（单标）：准确称取 10mg 标准品（氯氰、氰戊、溴氰菊酯），用丙酮溶解并定容至 10mL，浓度为 1000mg/L。
- 2) 标品中间液（混标）：分别准确移取 0.1mL 三种标准品储备液，用丙酮定容至 10mL，浓度为 10mg/L。
- 3) 标品使用液（混标）：准确移取 1mL 标准品中间液，用丙酮定容至 10mL，浓度为 1mg/L。

## 3、提取净化

谷物：

称取 10g 样品（样品预先搅碎、混匀）于 50mL 具塞离心管中，加入 20mL 石油醚（30-60℃），涡旋混匀 5min，超声提取 30min，8000r/min 离心 5min，取 4mL 上清液待 SPE 净化。

蔬菜：

称取 5g 样品（样品预先搅碎、混匀）于 50mL 具塞离心管中，加入 10mL 丙酮、10mL 石油醚（30-60℃），涡旋混匀 5min，超声提取 30min，8000r/min 离心 5min，取 4mL 上清液待 SPE 净化。

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

SPE 柱: 1cm 柱高无水硫酸钠+3cm 柱高 Alumina-N+25mgCarb+2cm 柱高无水硫酸钠, 60mL, 10pk;

活化: 25mL 乙酸乙酯, 弃去;

上样: 4mL 待净化液全部上样, 收集流出液;

淋洗: 35mL 乙酸乙酯, 收集流出液, 挤干小柱;

35℃旋蒸至干, 加入 1mL 丙酮复溶, 过滤后上机测定。

#### 5、注意事项

- 1) 加标水平: 大米: 10g 样中, 添加 500 $\mu$ L 1mg/L 标准使用液, 得到加标水平为 0.05mg/kg。  
最终定容到 1mL, 机读数为 0.1mg/L; 黄瓜: 5g 样中, 添加 250 $\mu$ L 1mg/L 标准使用液, 得到加标水平为 0.05mg/kg。最终定容到 1mL, 机读数为 0.1mg/L;
- 2) SPE 小柱活化后, 待液面到达上筛板后应立刻加入上样液, 以提高净化效果;
- 3) 整个 SPE 净化过程流速不宜过快, 以 1d/s 为宜;

#### 6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-5MS, 30.0m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 $\mu$ m
进样口温度	230 $^{\circ}$ C
检测器 (ECD) 温度	310 $^{\circ}$ C
载气	N <sub>2</sub>
进样方式	不分流进样
载气流量	2.5mL/min
进样量	2 $\mu$ L
升温程序	60 $^{\circ}$ C 初温, 保持 1min; 30 $^{\circ}$ C/min 升到 250 $^{\circ}$ C, 保持 2min; 5 $^{\circ}$ C/min 升到 280 $^{\circ}$ C, 保持 10min;

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

## 7、色谱图或者加标回收率结果

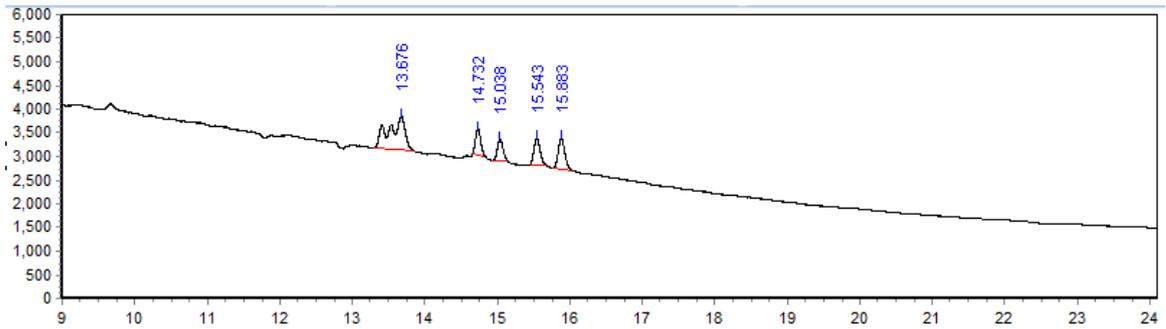


图 1. 三种菊酯标准品 0.1mg/L 图谱

峰名称	保留时间	峰高	峰面积	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
	min	Hz	Hz*s	%		(EP)
氯氰菊酯	13.676	714.26	11070.77	46.3459	0.711	18968
氰戊菊酯	14.732	557.85	2823.06	11.8183	1.169	181089
	15.038	465.89	2575.97	10.7839	1.108	168457
溴氰菊酯	15.543	566.47	3287.09	13.7608	1.229	157075
	15.883	653.71	4130.37	17.2911	1.152	146006

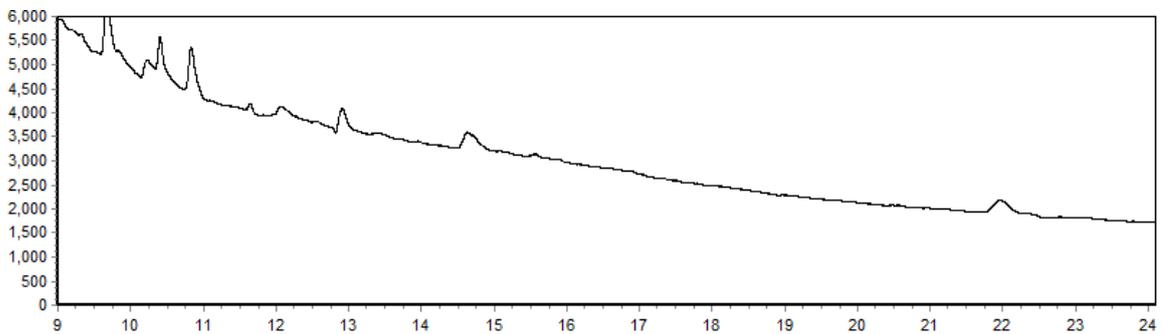


图 2.大米样品空白图谱

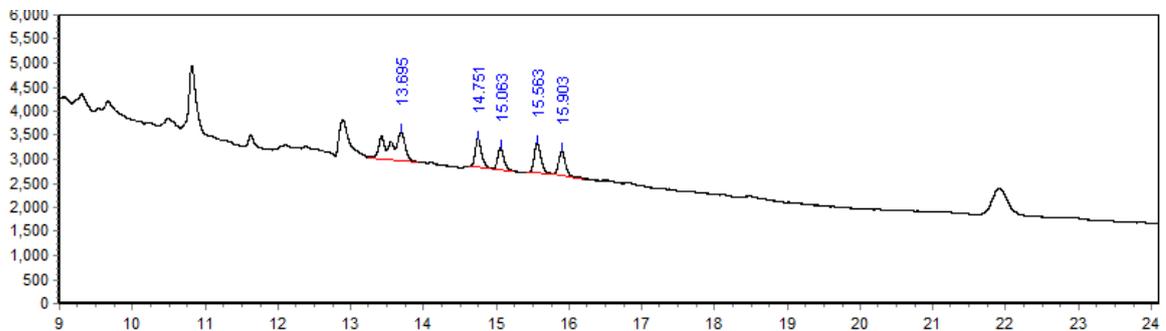


图 3. 大米样品加标 0.05mg/kg 图谱

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: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

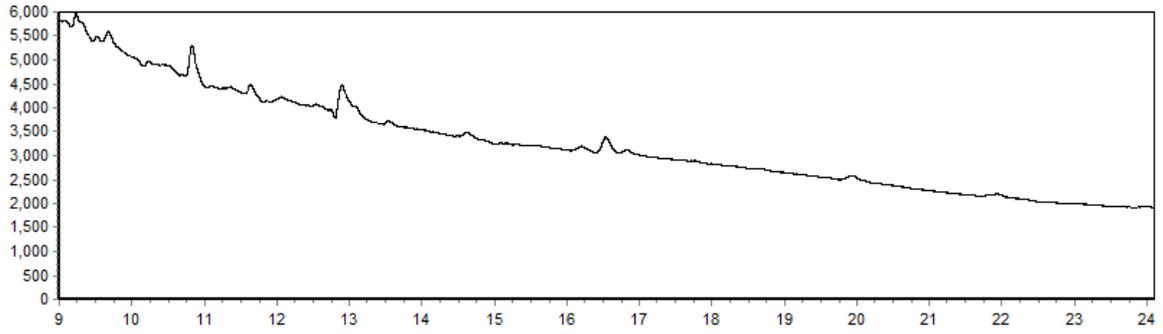


图 4.黄瓜样品空白图谱

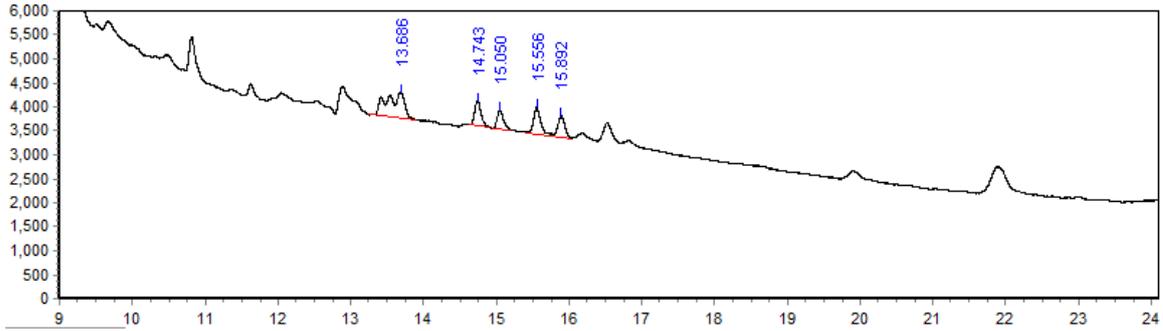


图 5. 黄瓜样品加标 0.05mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

目标物	加标水平 mg/kg	大米		黄瓜	
		平均回收率%	RSD %	平均回收率%	RSD %
氯氰菊酯	0.05	86.90%	5.25%	83.97%	1.98%
氰戊菊酯		133.17%	3.80%	116.18%	5.32%
		109.44%	1.89%	98.70%	3.99%
溴氰菊酯		130.30%	4.71%	114.23%	2.38%
		83.33%	4.11%	72.09%	0.80%

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
00586-20113	SPE 小柱	定制: 1cm 柱高无水硫酸钠+3cm 柱高 Alumina-N+25mgCarb+2cm 柱高无水硫酸钠, 60mL, 10pk;
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-5 MS 30m*0.25mm*0.25um
00826-79055	氯氰菊酯标准品	CAS No.:52315-07-8, 1000μg/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