

## 食品中敌草腈残留量的测定 GB23200.59-2016

### 1、适用范围

适用于食品中敌草腈残留量的测定（本实验采用大米和猪肉、香菇为样品）

参考标准：《GB 23200.59-2016 食品安全国家标准 食品中敌草腈残留量的测定 气相色谱-质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准工作液 10 $\mu$ g/mL：准确移取 1ml 标准贮备液，用甲苯稀释并定容至 10ml，冷冻保存。
- 2) 保护剂：2%二甘醇-丙酮溶液：取 100mL 丙酮，加入 2mL 二甘醇，混匀。
- 3) 淋洗液：乙腈-甲苯（3:1）：量取乙腈 300mL，甲苯 100mL，混匀。

### 3、提取步骤

猪肉，大米：称取 5g 样品，加入 5mL 水，涡旋，浸泡 10min，加入 10mL 乙腈，涡旋，加入 5g 氯化钠，摇匀，超声 10min，离心 5min（8000r/min），移取上清液过装有 3g 无水硫酸钠的小柱至鸡心瓶中；往残渣中再加入 10mL 乙腈，再重复提取两次，合并三次有机相层；再用 5mL 乙腈冲洗小柱，往鸡心瓶中加入 2mL 保护剂，将提取液于 45 $^{\circ}$ C 水浴旋转蒸发至 1mL，待净化。

香菇：称取 5g 样品，加入 10mL 乙腈，涡旋，加入 5g 氯化钠，摇匀，超声 10min，离心 5min（8000r/min），移取上清液过装有 3g 无水硫酸钠的小柱至鸡心瓶中；往残渣中再加入 10mL 乙腈，再重复提取两

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

次，合并三次有机相层；再用 5mL 乙腈冲洗小柱，往鸡心瓶中加入 2mL 保护剂，将提取液于 45°C 水浴旋转蒸发至 1mL，待净化。

## 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom<sup>®</sup> C18E 规格：1000mg/6mL。

活化：10mL 乙腈-甲苯（3:1），弃去

上样，收集

洗脱：10mL 乙腈-甲苯（3:1）（10mL 润洗鸡心瓶）收集于 15mL 离心管中，并压干，40°C 水浴氮吹近干，用 1mL 甲苯复溶，过 0.22μm 有机滤膜

## 5、注意事项

1) 加标水平：5g 样中加入 0.025mL 10μg/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 0.05 mg/kg，机读数为 0.25 μg/mL。

## 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	280°C
升温程序	110°C，保持 1min；以 10°C/min 升温至 160°C，保持 2min；再以 20°C/min 升温至 200°C，最后在 300°C 运行 5min
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1mL/min

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

进样量	2 $\mu$ 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°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
选择监测离子 (m/z)	定量 171 定性 173(62.4)、136 (30.8)、100 (31.4)
溶剂延迟	5.8min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

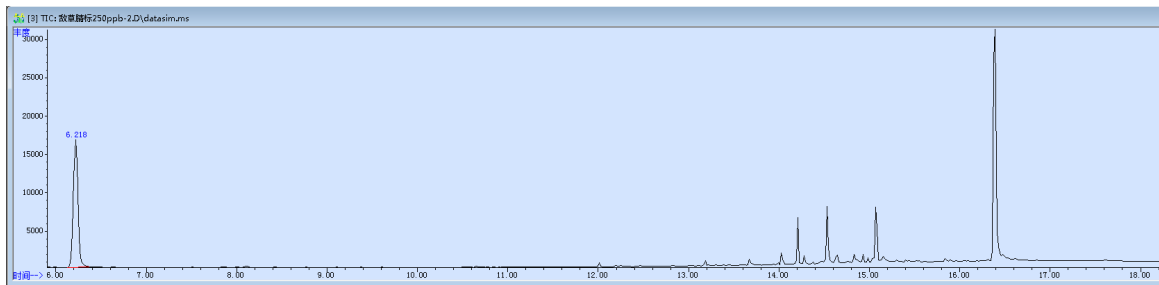


图 1 敌草腈标准品 0.25 $\mu$ g/mL 图谱

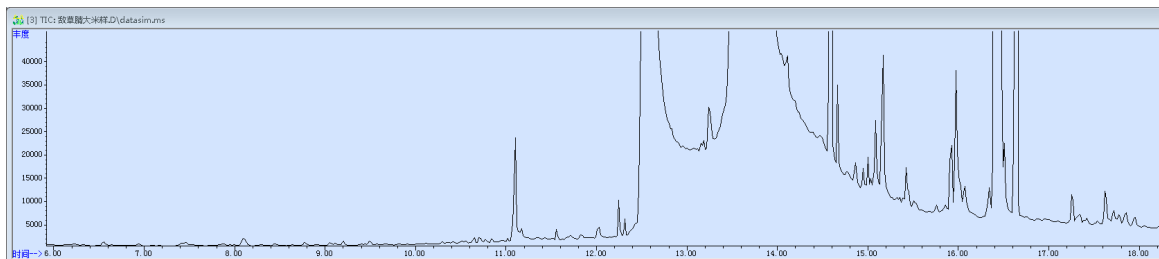


图 2 大米样过柱图谱

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

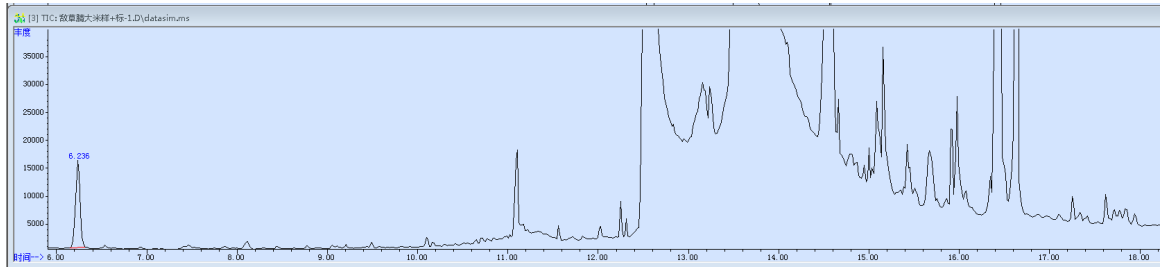


图 3 .大米样加标 0.05mg/kg 过柱图谱

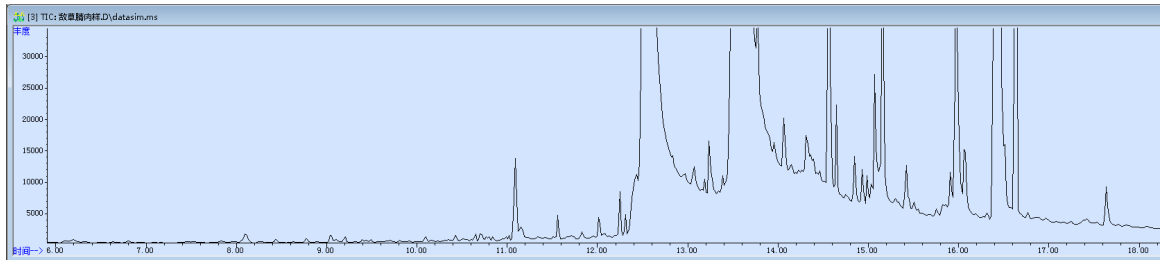


图 4 猪肉样过柱图谱

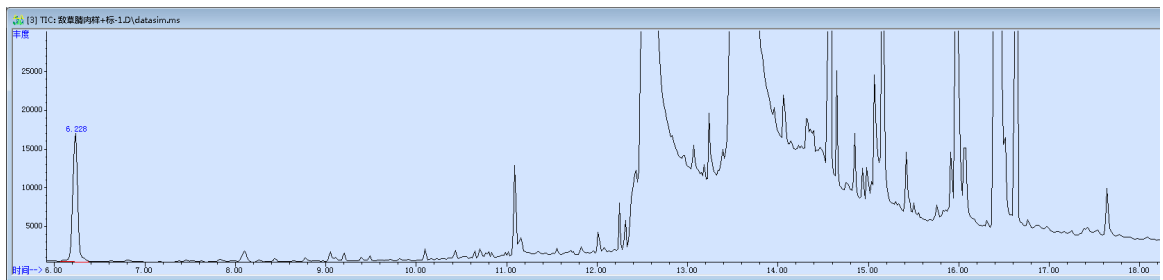


图 5 .猪肉样加标 0.05mg/kg 过柱图谱

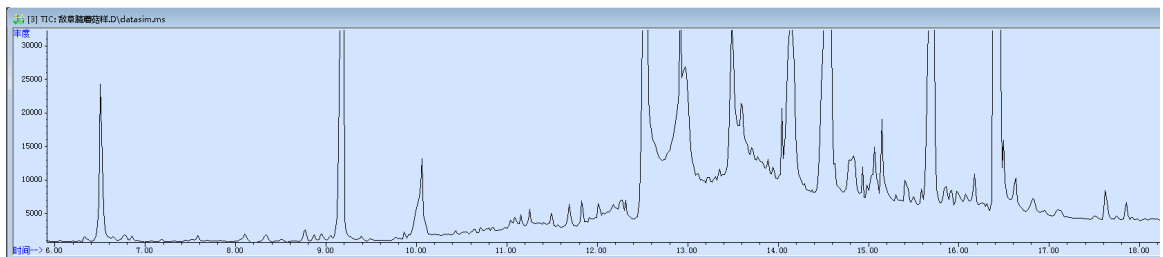


图 6 香菇样过柱图谱

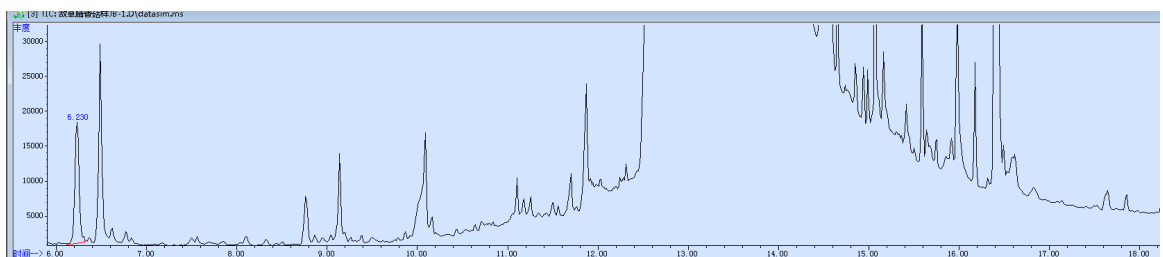


图 7 香菇样加标 0.05mg/kg 过柱图谱

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

表 2. 回收表

基质	加标水平	平均回收率%	RSD %
猪肉	0.05 mg/kg	98.09%	1.85%
大米	0.05 mg/kg	92.48%	4.15%
香菇	0.05 mg/kg	103.92%	1.19%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00559-11007	SPE 小柱	Welchrom®C18E 1000mg/6mL
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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22µm,100pk
	敌草腈标准品	CAS:1194-65-6

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