

水产品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯多残留的测定 GB 29075-2013

1、适用范围

适用于水产品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯多残留的测定（该实验选用基质为龙利鱼）

参考标准：《GB 29075-2013 食品国家安全标准 水产品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯多残留的测定 气相色谱法》

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) 标品储中间液（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) 标品储中间液（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。
- 4) 1/2 甲醇水：量取 100mL 甲醇、200mL 水，混匀。
- 5) 乙腈饱和的正己烷：量取 200mL 正己烷，加入 50mL 乙腈，摇匀，静置分层，上层液；

3、提取净化

称取 5g 样品（样品预先搅碎、混匀）于 50mL 具塞离心管中，加入 15mL 乙腈，1.5g 氯化钠，涡旋混匀 5min，超声提取 20min，8000r/min 离心 5min，上清液转移至另一 50mL 离心管；残渣中再加入 15mL 乙腈提取一次，合并上清液。向合并后的上清液中加入 10mL 乙腈饱和的正己烷，涡旋混匀 2min，8000r/min 离心 5min，弃去上层液。乙腈层转入鸡心

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

瓶中，45℃旋蒸至干。加入 6mL 1/2 甲醇水溶解残渣，待 SPE 净化。

4、SPE 净化步骤

1) SPE 柱：月旭 Welchrom[®] C18，规格：200 mg/3mL。

活化：5mL 甲醇、5mL 二氯甲烷，5mL 甲醇、5mL 1/2 甲醇水，弃去；

上样：待净化液全部上样，弃去流出液；

淋洗：6mL 1/2 甲醇水，弃去流出液，吹干小柱；

洗脱：5mL 甲苯，收集洗脱液，待下一步净化；

2) SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Alumina-N，规格：200 mg/3mL。

活化：5mL 乙腈、5mL 甲苯，弃去；

上样：待净化液全部上样，收集流出液；

淋洗：6mL 甲苯，收集流出液；

将收集到的液体于 50℃氮吹至干，加入 1mL 丙酮溶解残渣，过滤待测。

5、注意事项

1) 加标水平：5g 样中，添加 100μL 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.02mg/kg。最终定

容到 1mL，机读数为 0.1mg/L；

2) 第一步 SPE 净化中，淋洗液可先润洗鸡心瓶后并入小柱；

3) 整个 SPE 净化过程流速不宜过快，以 1d/s 为宜；

4) 提取过程中，将乙腈层溶液转移至鸡心瓶中后，可以再用适量乙腈润洗离心管，润洗液并入鸡心瓶中。

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	230℃
检测器 (ECD) 温度	310℃
载气	N ₂
进样方式	不分流进样
载气流量	2.5mL/min
进样量	2μL
升温程序	60℃初温, 保持 1min; 30℃/min 升到 250℃, 保持 2min; 5℃/min 升到 280℃, 保持 10min;

7、色谱图或者加标回收率结果

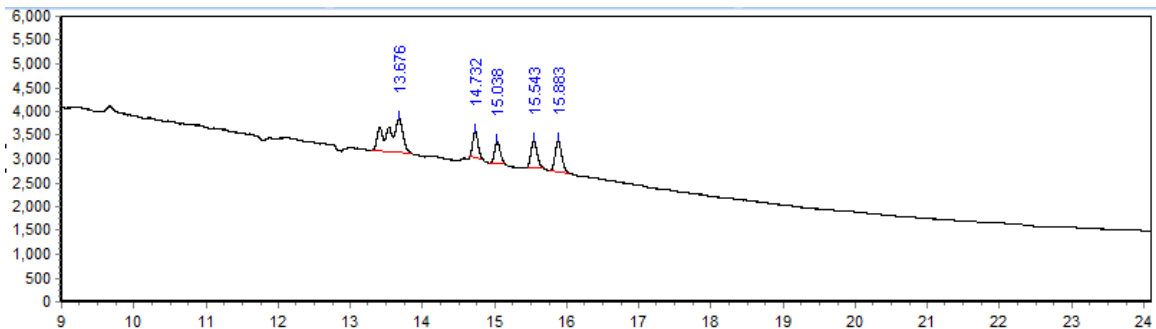


图 1. 三种菊酯标准品 0.1mg/L 图谱

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

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

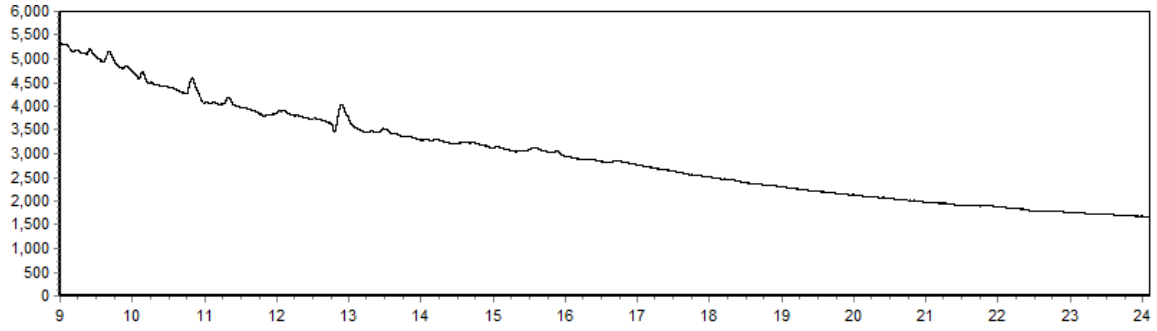


图 2.龙利鱼样品空白图谱

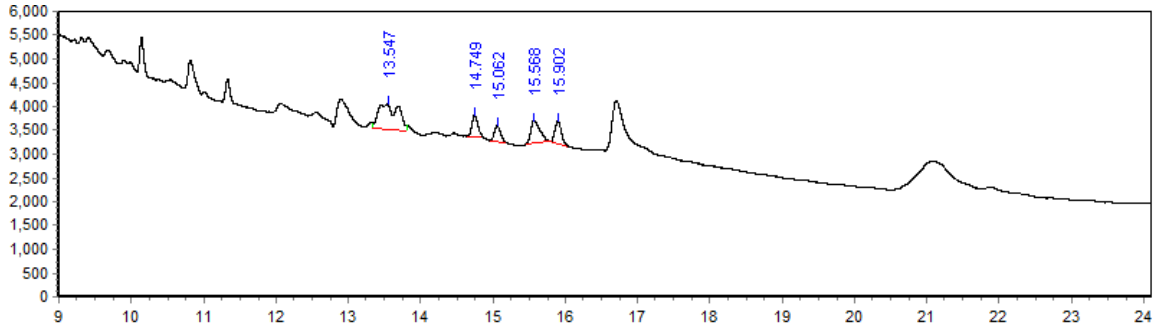


图 3. 龙利鱼样品加标 0.02mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

目标物	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
氯氰菊酯	0.02	97.02%	1.51%
氰戊菊酯		89.90%	1.86%
		78.59%	3.83%
溴氰菊酯		124.08%	1.41%
		75.47%	5.09%

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
00504-11004	SPE 小柱	Welchrom® C18, 规格: 200 mg/3mL, 50pk
00518-20066	SPE 小柱	Welchrom® Alumina-N, 规格: 200 mg/3mL, 50pk
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