

食品中噻虫嗪及其代谢物噻虫胺残留量的测定

GB 23200.39-2016

1、适用范围

本标准规定了食品中噻虫嗪和噻虫胺残留量的液相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于大米、大豆、栗子、菠菜、油麦菜、洋葱、茄子、马铃薯。柑橘、蘑菇、茶等植物源性产品和鸡肝、猪肉、牛奶等动物源性产品中噻虫嗪、噻虫胺残留量的检测和确证，其他食品可参照执行。

参考标准：《GB 23200.39-2016 食品安全国家标准 食品中噻虫嗪及其代谢物噻虫胺残留量的测定 液相色谱-质谱质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 0.1%乙酸-乙腈溶液：取 1mL 乙酸，加入乙腈定容到 1000mL,混匀。
- 2) 10mmol/L 乙酸铵溶液（含 0.1%甲酸）：称取 0.16g 乙酸铵于 200mL 容量瓶中，加入 200 μ L 甲酸，用水定容至刻度线，混匀，现配现用。
- 3) 混合标准工作液（1 μ g/mL）：吸取 100 μ g/mL 噻虫胺、噻虫嗪混标液 0.01mL 至进样瓶，加 0.99mL 乙腈溶解，混匀。

3、实验步骤

3.1、针对大米、茄子、洋葱、马铃薯、柑橘样品（本试验用大米）

称取 5g 大米于 50mL 离心管中，加 5mL 水，浸泡 0.5h，加 15mL 乙酸-乙腈溶液，涡旋 1min，超声提取 30min，4000r/min 离心 10min。取上清液 1mL 备用。



取 1mL 上清液到已加入基质分散固相萃取剂 50mgPSA、150mgMgSO₄ 的离心管中，涡旋 1min，4000r/min 离心 10min，上清液用 0.22μm 滤膜过滤，用液相色谱-质谱仪测定。

3.2、针对栗子、蘑菇、牛奶样品（本实验用牛奶）

称取 5g 牛奶于 50mL 离心管中，加 20mL 乙酸-乙腈溶液，涡旋 1min，超声提取 30min，4000r/min 离心 10min。取上清液 1mL 备用。

取 1mL 上清液到已加入基质分散固相萃取剂 50mgPSA、150mgMgSO₄、50mgC₁₈ 的离心管中，涡旋 1min，4000r/min 离心 10min，上清液用 0.22μm 滤膜过滤，用液相色谱-质谱仪测定。

3.3、针对茶叶、大豆样品（本实验用大豆）

称取 5g 大豆于 50mL 离心管中，加 5mL 水，浸泡 0.5h，加 15mL 乙酸-乙腈溶液，涡旋 1min，超声提取 30min，4000r/min 离心 10min。取上清液 1mL 备用。

取 1mL 上清液到已加入基质分散固相萃取剂 50mgPSA、150mgMgSO₄、50mgC₁₈、10mgGCB 的离心管中，涡旋 1min，4000r/min 离心 10min，上清液用 0.22μm 滤膜过滤，用液相色谱-质谱仪测定。

3.4、针对鸡肝、猪肉样品（本实验用猪肉）

称取 5g 猪肉于 50mL 离心管中，加入 3g 无水硫酸钠，混匀，加入 10mL 乙酸-乙腈，10mL 正己烷，涡旋 1min，超声提取 10min，4000r/min 离心 10min 下层转移至鸡心瓶，同样操作重复提取一次。用 10mL 乙腈洗涤正己烷层，涡旋 1min，超声提取 10min，4000r/min 离心 10min 下层合并至鸡心瓶，40℃ 旋蒸至干，加乙酸-乙腈溶液 20mL。取上清液 1mL 备用。

取 1mL 上清液到已加入基质分散固相萃取剂 50mgPSA、150mgMgSO₄、50mgC₁₈ 的离心管中，涡旋 1min，4000r/min 离心 10min，上清液用 0.22μm 滤膜过滤，用液相色谱-质谱仪测定。

4、注意事项



4.1、加标水平：在 5g 样中精确加入 80 μ L 的 0.05mg/L 噻虫嗪、噻虫胺混合标准工作液，加标水平为 0.8 μ g/kg，浓度为 4ng/mL。

5、色谱条件

5.1、 色谱条件

色谱柱：Ultimate HPLC C18, 1.8 μ m, 2.1 \times 50mm

柱温：35 $^{\circ}$ C；

流速：0.25mL/min；

进样体积：2 μ L；

流动相：A-10mmol/L 乙酸铵溶液；B-甲醇

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间, min	A%	B%
0	90	10
0.5	90	10
2.5	50	50
3	90	10
5	90	10

5.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI）；

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：多反应监测（MRM）模式；

电离电压：3.0KV；



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

源温：120℃；

雾化温度：350℃；

锥孔气流速：50L/h；

雾化气流速：700L/h

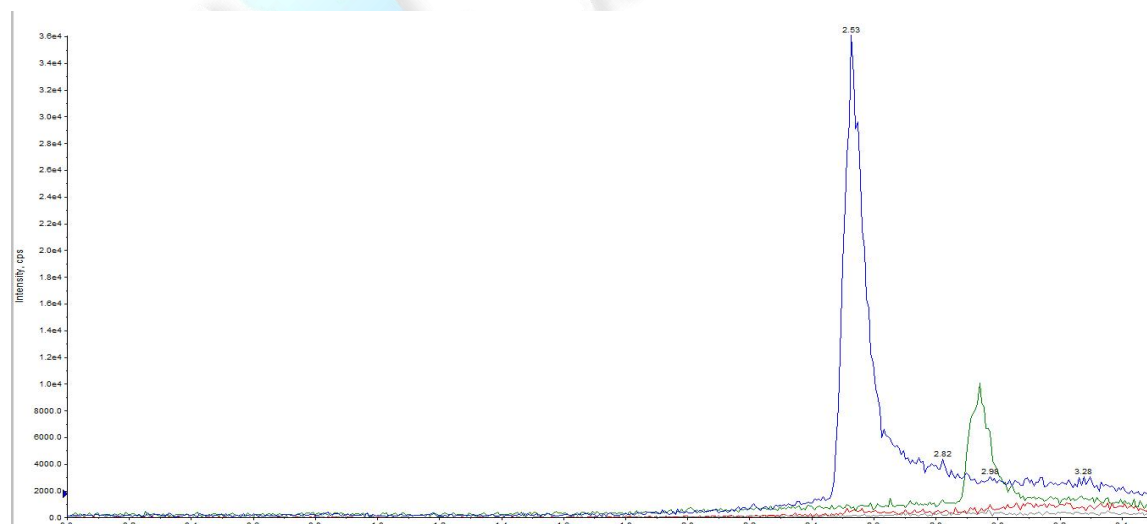
液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500。

其他质谱参数见表 2。

表 2 噻虫嗪、噻虫胺的定性、定量离子对及碰撞能量的参考值

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能 CE/V
噻虫嗪	292	211*	19
		181	10
噻虫胺	250	169*	15
		131	10

6、色谱图或者加标回收率结果



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

STD-5ppb-2 - saichongqin-1 (Unknown) 292.000/211.000 Da - sample 2 of 11 from 20230625-sailaqin.wiff
Area: 1.30e+005 counts Height: 2.50e+004 cps RT: 2.51 min

STD-5ppb-2 - saichongqin-1 (Unknown) 260.000/169.000 Da - sample 2 of 11 from 20230625-sailaqin.wiff
Area: 4.37e+004 counts Height: 7.79e+003 cps RT: 2.94 min

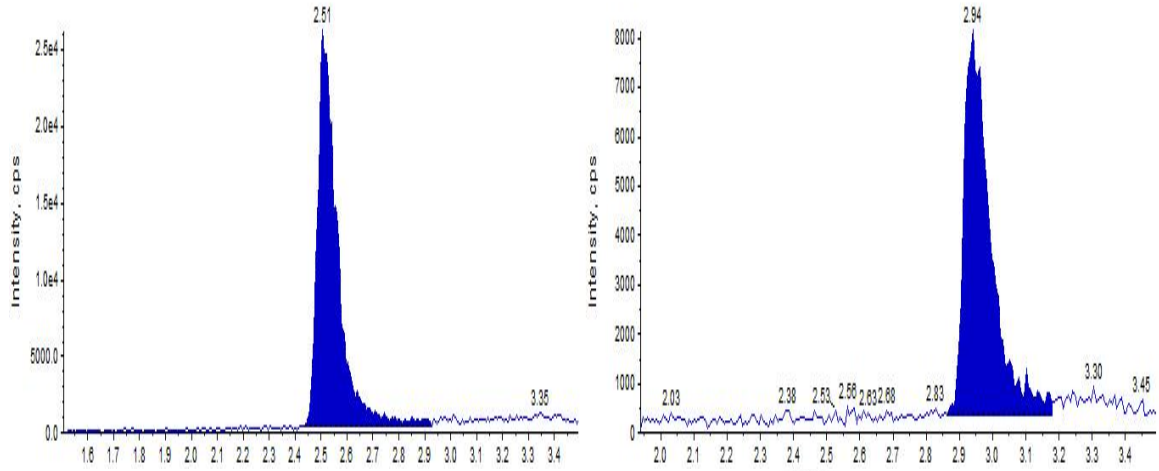


图 1. 溶剂标 4ng/mL 图谱

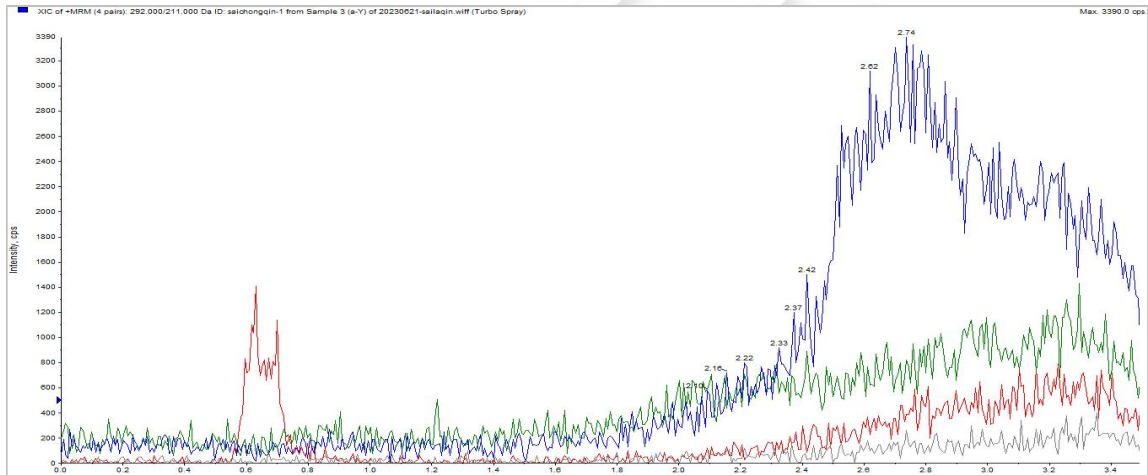
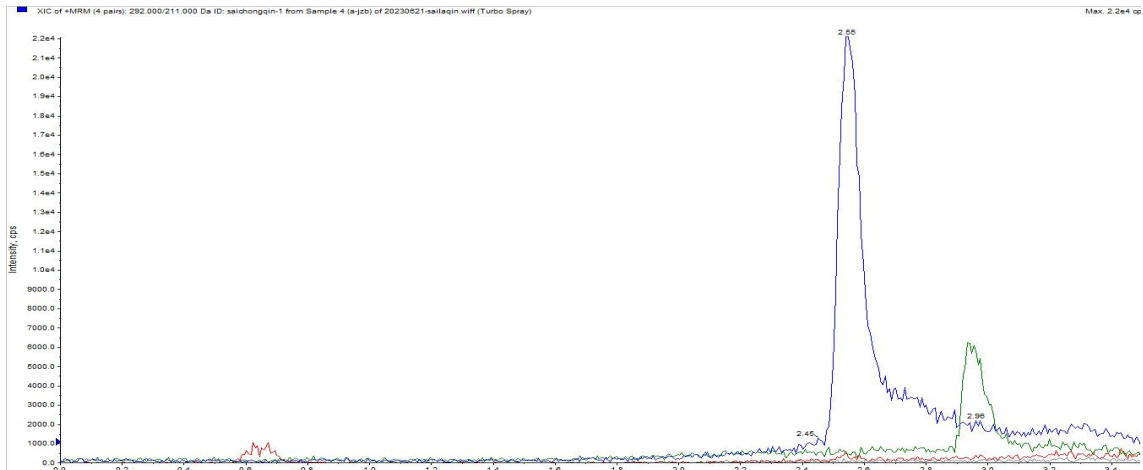


图 2. 大米样品空白图谱



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 3.大米基质标 4ng/mL 图谱

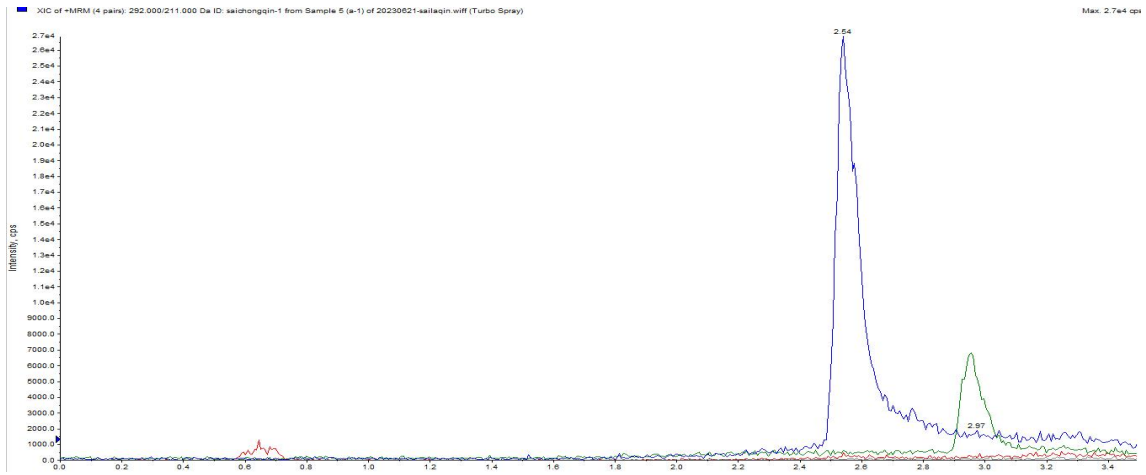


图 4.大米样加标 0.8μg/kg 图谱

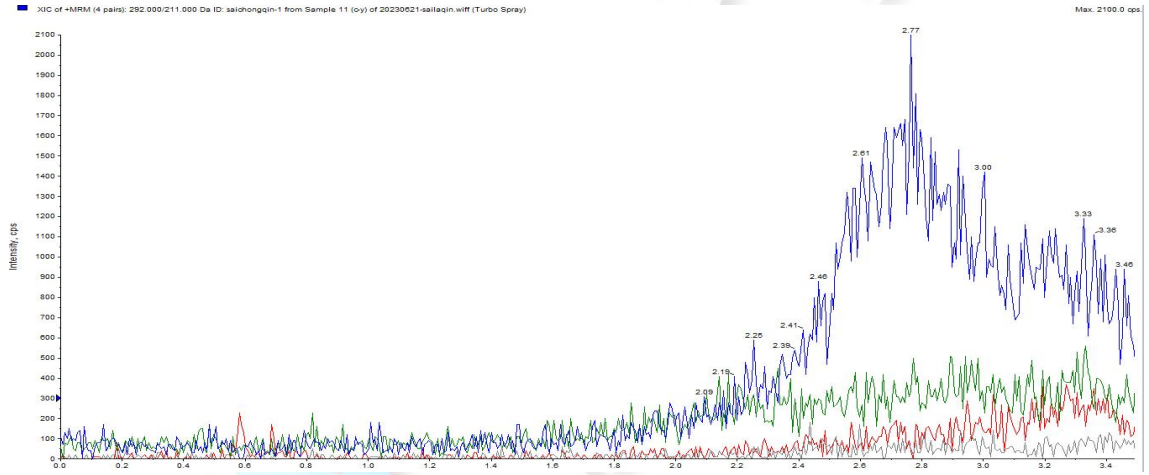


图 5.牛奶样品空白图谱

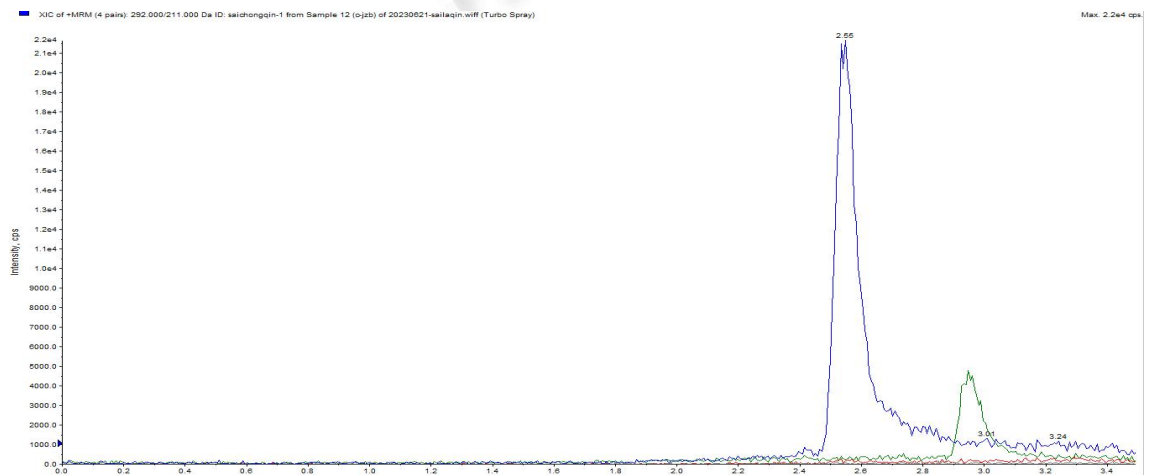


图 6.牛奶基质标 4ng/mL 图谱



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

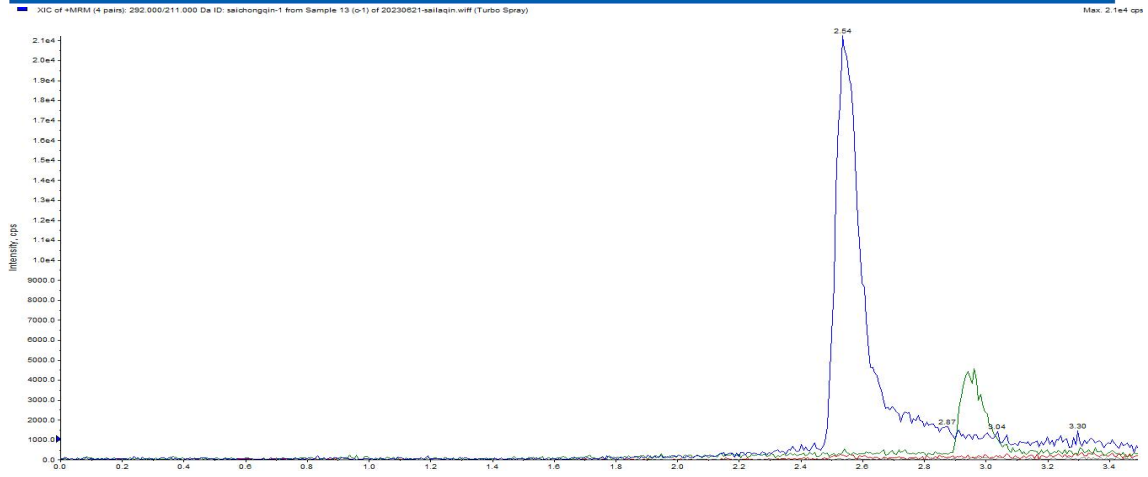


图 7.牛奶样加标 0.8µg/kg 图谱

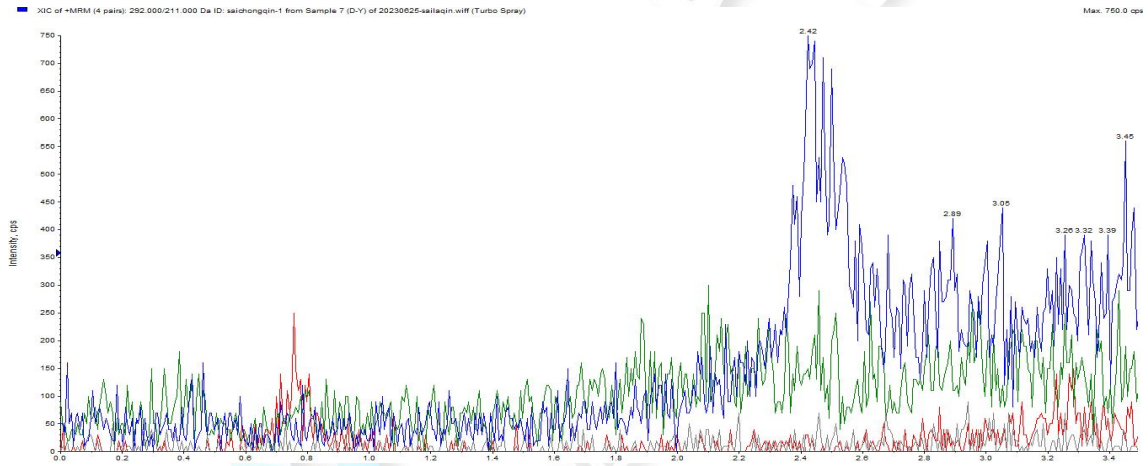


图 8.大豆样品空白图谱

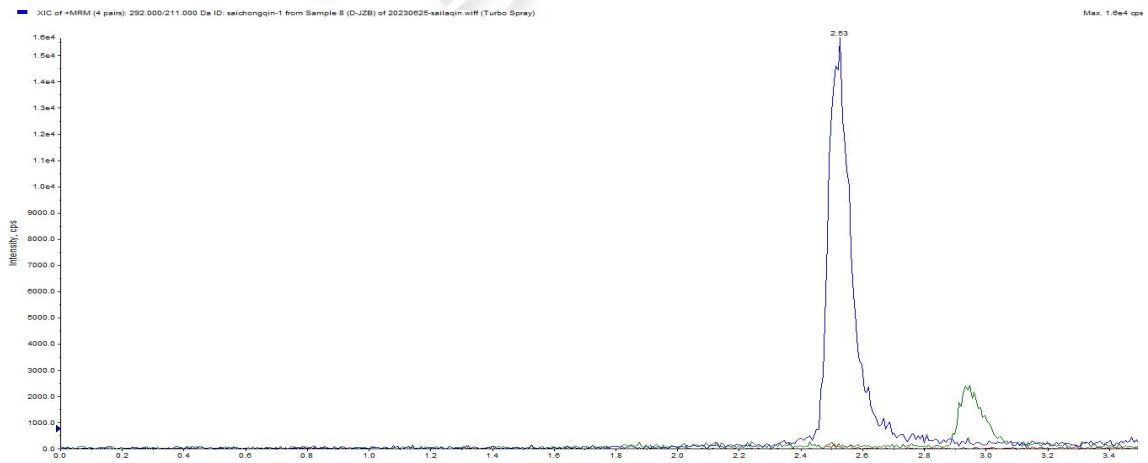


图 9.大豆基质标 4ng/mL 图谱



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

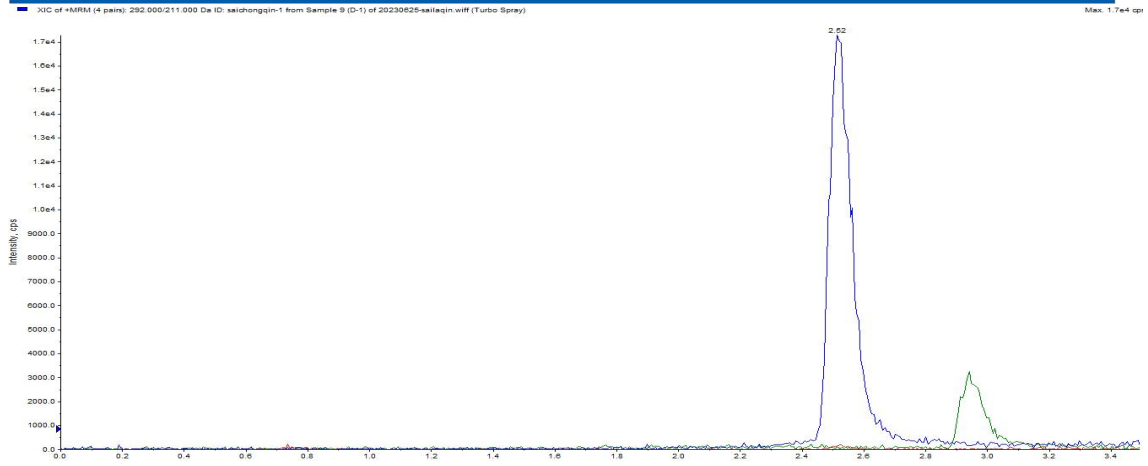


图 10.大豆样加标 0.8 μ g/kg 图谱

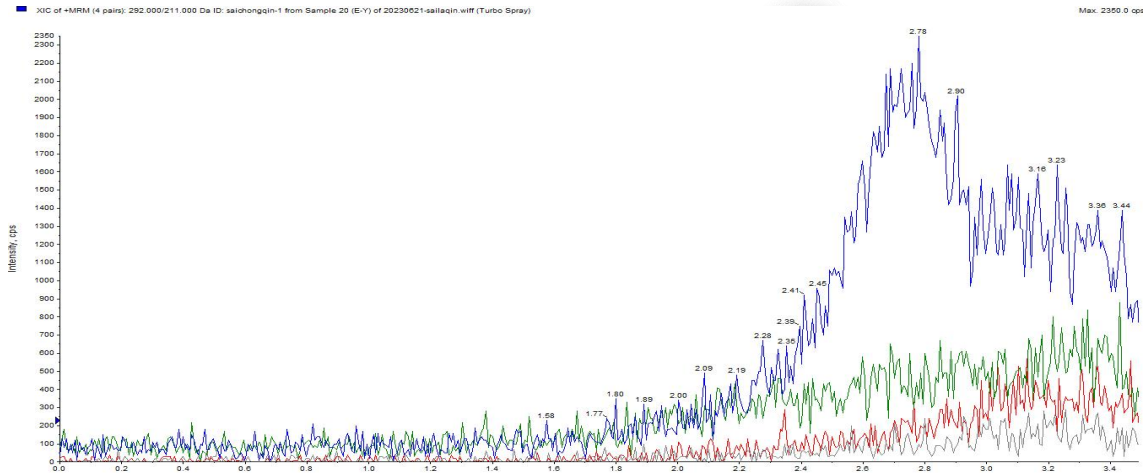


图 11.猪肉样品空白图谱

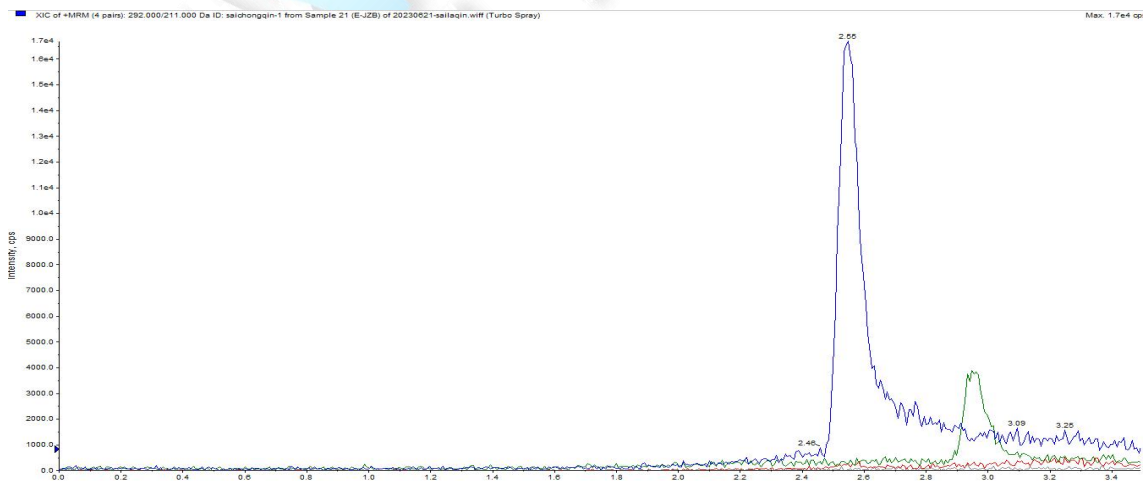


图 9.猪肉基质标 4ng/mL 图谱



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

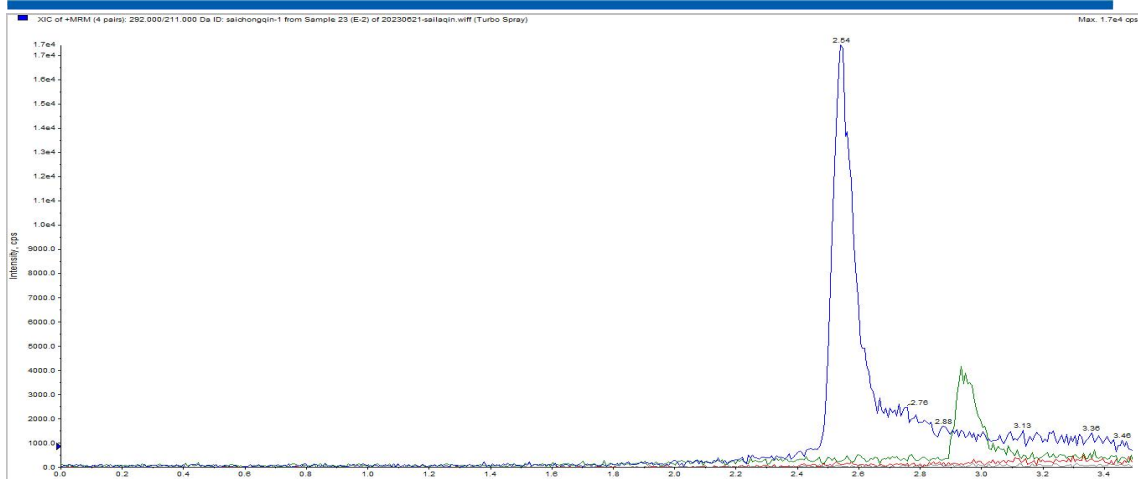


图 10.猪肉样加标 0.8 μ g/kg 图谱

表 3. 加标回收率表

样品	标品	加标水平	平均加标回收率	RSD(N \geq 4)
大米	噻虫嗪	0.8 μ g/kg	121.96%	4.21%
	噻虫胺		115.12%	2.84%
牛奶	噻虫嗪		89.08%	0.53%
	噻虫胺		89.08%	5.73%
大豆	噻虫嗪		107.20%	1.37%
	噻虫胺		127.44%	1.16%
猪肉	噻虫嗪		112.22%	2.68%
	噻虫胺		112.33%	5.73%



7、相关产品信息

货号	名称	规格
00531-20020	QuEChERS 净化管	QuEChERS 净化管-2ml,50mgPSA、150mgMgSO ₄ 、100 支/盒
00533-20020	QuEChERS 净化管	QuEChERS 净化管-2ml,50mgPSA、150mgMgSO ₄ 、50mgC ₁₈ , 100 支/盒
	QuEChERS 净化管	QuEChERS 净化管-2ml,50mgPSA、150mgMgSO ₄ 、50mgC ₁₈ 、10mgGCB, 100 支/盒
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
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
00101-01010	色谱柱	Ultimate HPLC C18, 1.8μm, 2.1×50mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk

