

测试报告

样品信息			
样品名称	猪肉	编号	SHZ-20230131-007
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/02/13	测试期间	2023/02/13-2023/02/17
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	溴氰菊酯、联苯菊酯、氟胺氰菊酯、七氟菊酯、氰戊菊酯		
参考标准			
参考标准	GB 31658.8-2021	标样	有
仪器信息			
测试仪器	气相质谱	仪器型号	GCMS-QP2020NX

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 WM-1 (30m×0.25mm×0.25μm)		
柱温:	速率 (°C/min)	温度 (°C)	时间 (min)
		70	0
	30	250	0
	3	274	0
	20	294	0
	30	300	2
进样口:	280°C		
载气:	氦气		



流速：	1.3 mL/min
分流比：	不分流
进样量：	1 μ L

● 气相质谱条件：

电子轰击源：70 eV；

离子源温度：230℃；

GC-MS 接口温度：270℃

开始时间 (min)	结束时间 (min)	采集方式	通道 (m/z)
4.00	7.98	SIM	177、197、178
7.98	11.15		181、166、165
11.15	13.73		163、165、206、226
13.73	17.00		167、225、181、250、252、207、253、251

● 样品溶液的配制：

样品溶液：称取 5.00 g 猪肉于 50 mL 离心管中，加氯化钠 4 g、乙腈 25 mL。匀浆 1 min，振荡 15 min，6000 r/min 离心 5 min，取上清液于另一离心管，残渣中加乙腈 15 mL 重复提取一次。合并上清液，加无水硫酸钠 4 g，振荡，于 4℃、1000 r/min 离心 10 min，取上清液，备用。

Alumina-N 固相萃取柱（500 mg，6 mL），10 mL 乙腈分两次活化，弃去。

取备用液过柱，收集。

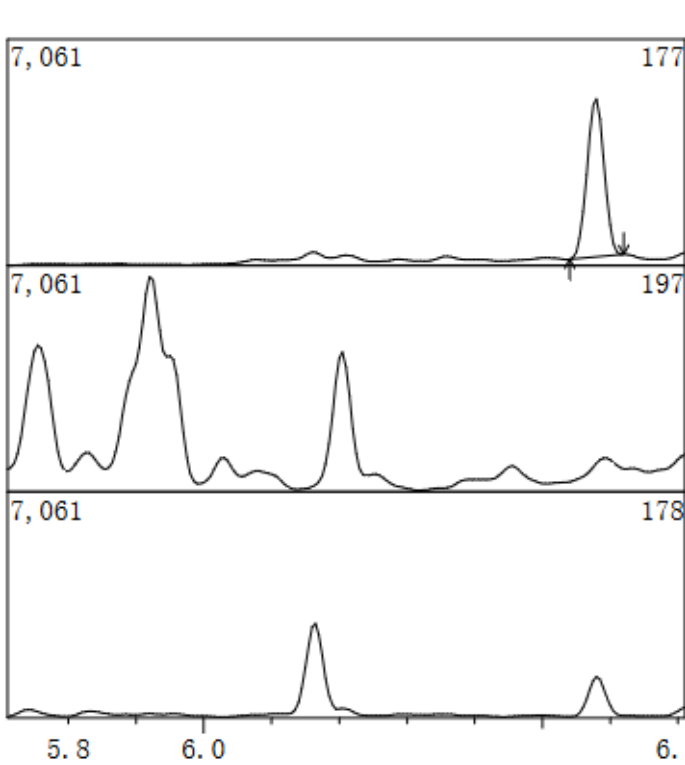
10 mL 乙腈淋洗，收集全部淋洗液。

于 50℃氮吹至干，用 1 mL 乙腈溶解残渣，过 0.22 μ m 有机滤膜，上机分析。

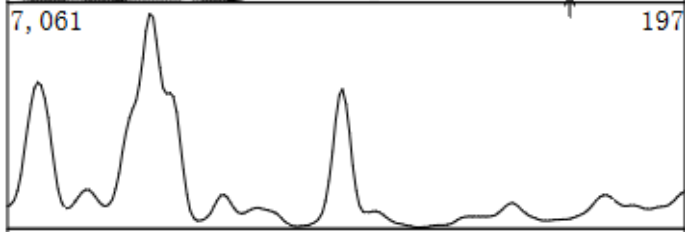
谱图和数据

(1) 空白



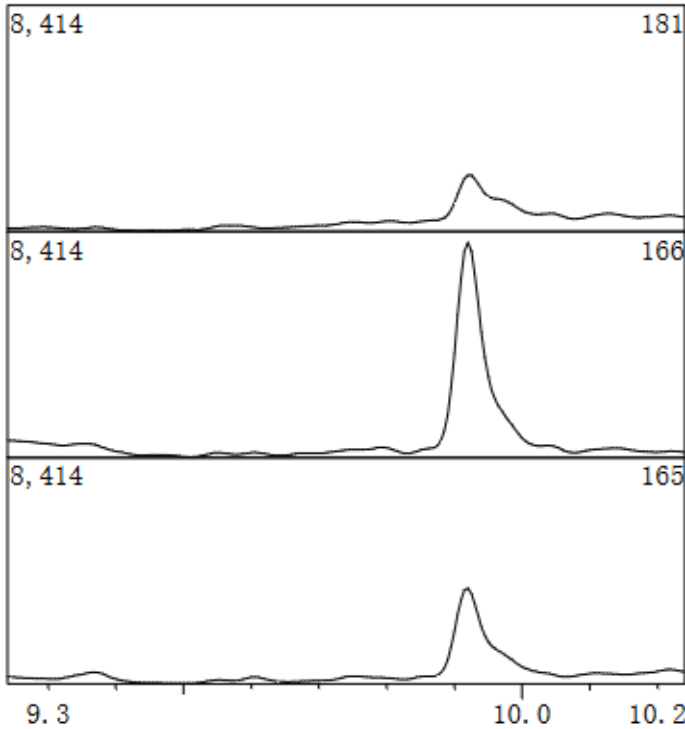
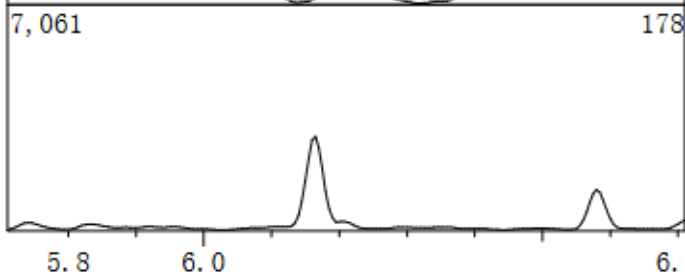


定量
ID#:1 m/z:177.00
类型:目标组分
名称:Tefluthrine
保留时间:0.000
峰面积:0
相似度检索:0
浓度: N.D. (W/B)

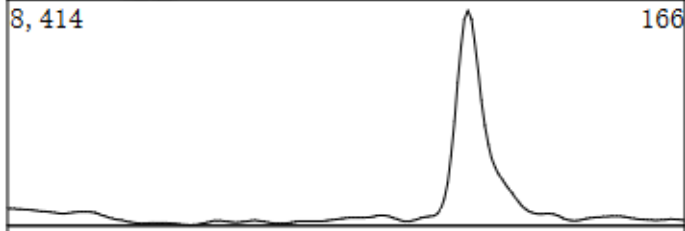


事件号:1:SIM

#	m/z	强度	比率
1	197.00	0	* 0.00
2	178.00	0	* 0.00

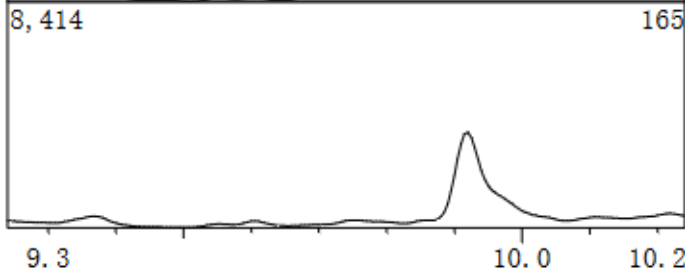


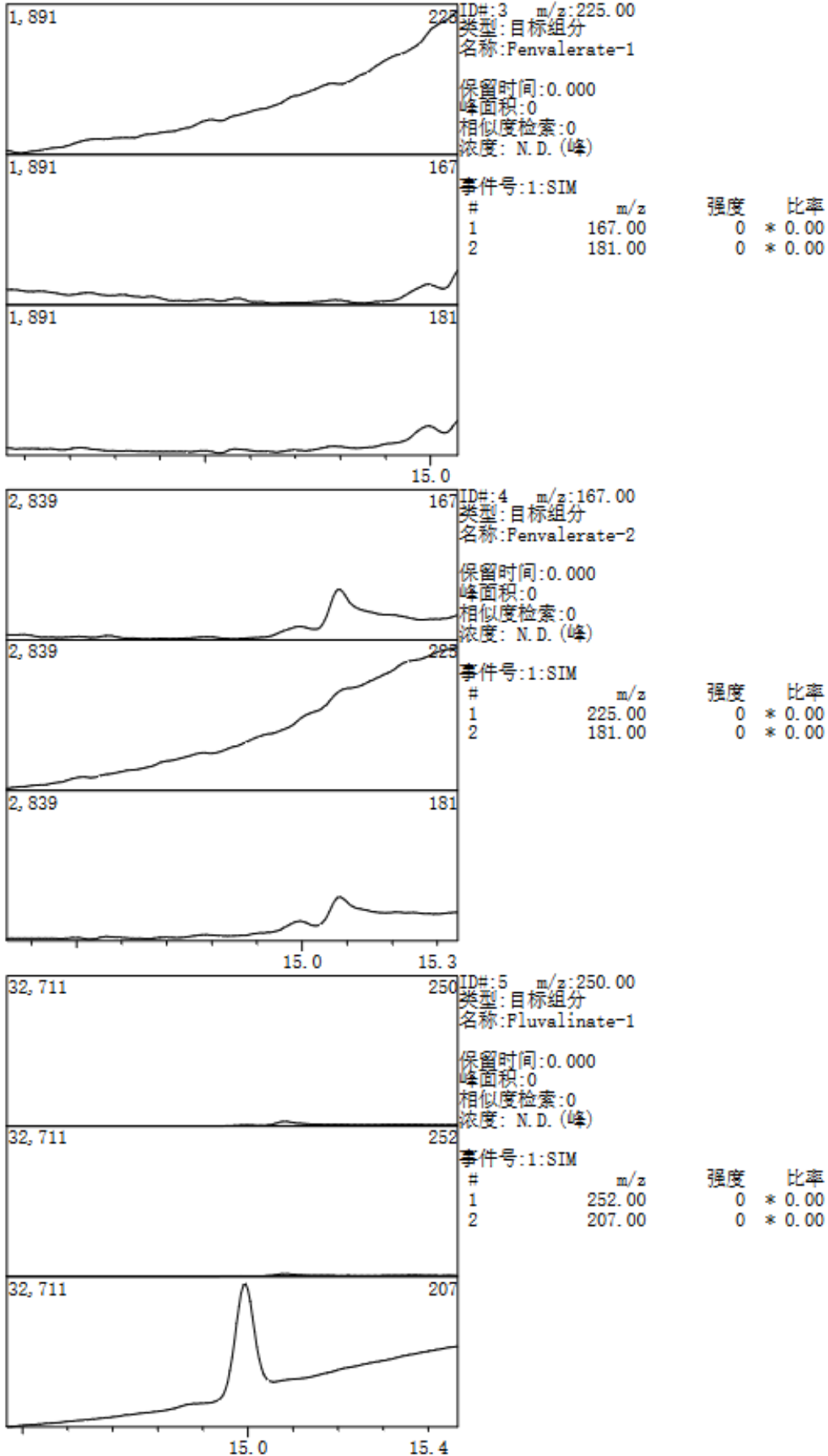
ID#:2 m/z:181.00
类型:目标组分
名称:Bifenthrin
保留时间:0.000
峰面积:0
相似度检索:0
浓度: N.D. (峰)

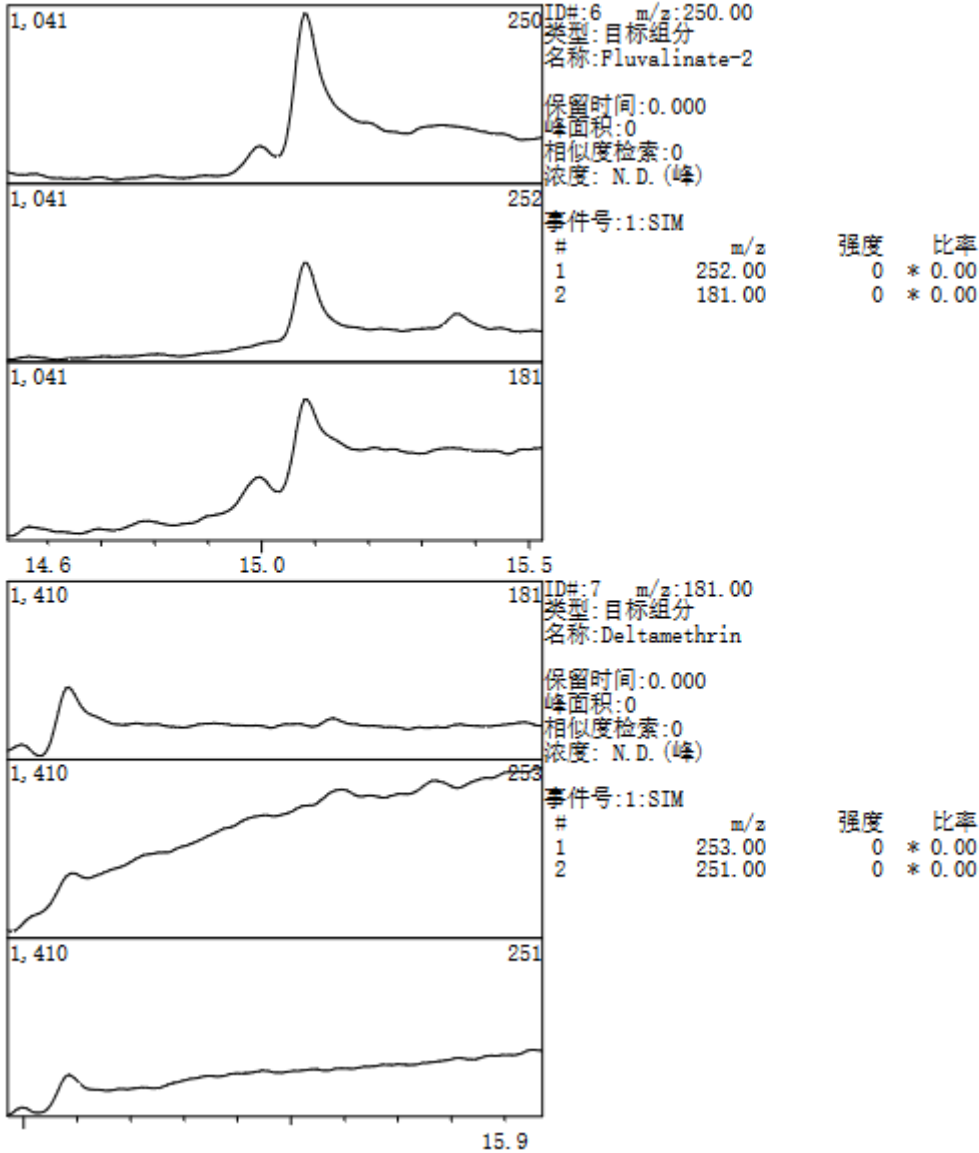


事件号:1:SIM

#	m/z	强度	比率
1	166.00	0	* 0.00
2	165.00	0	* 0.00





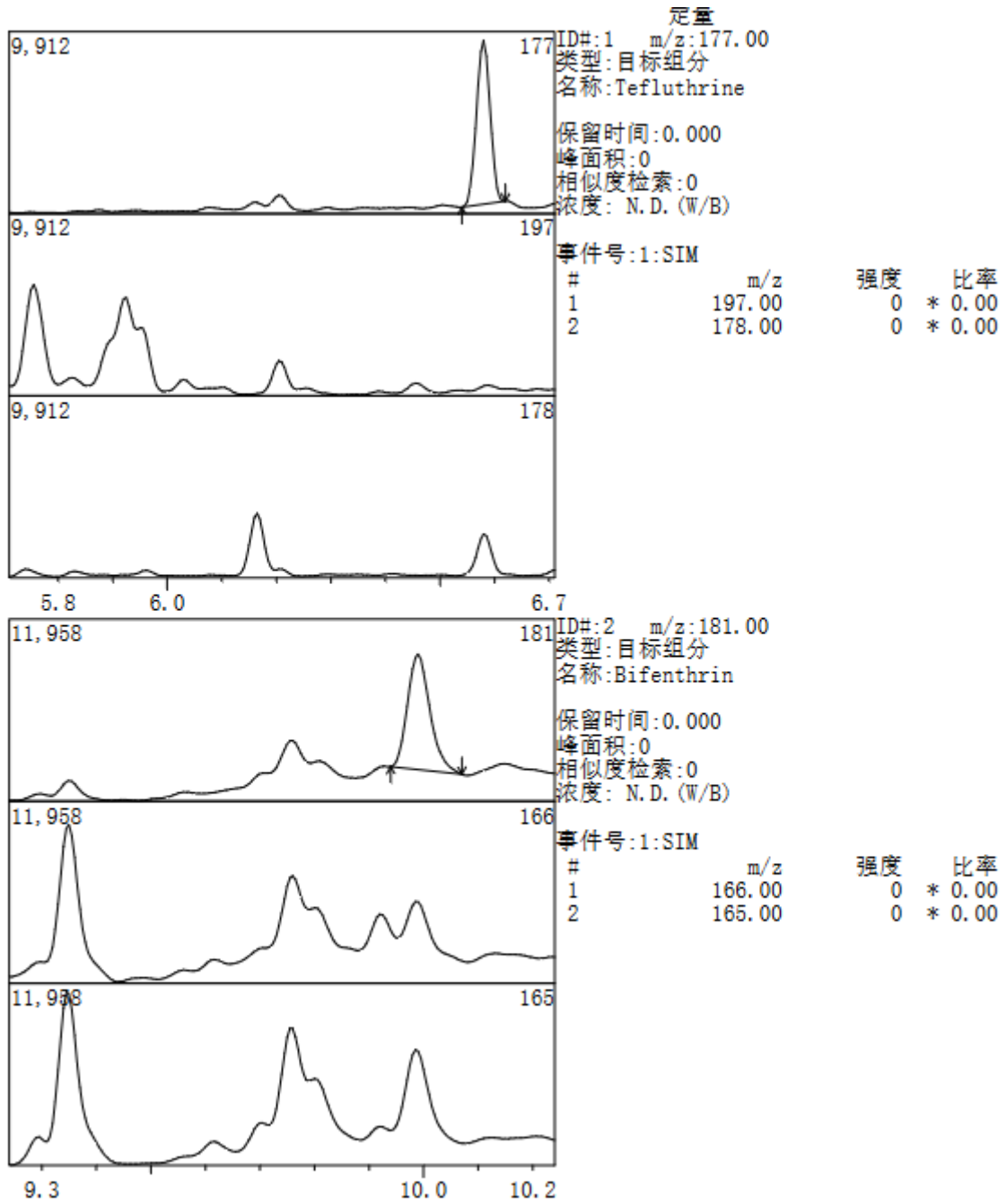


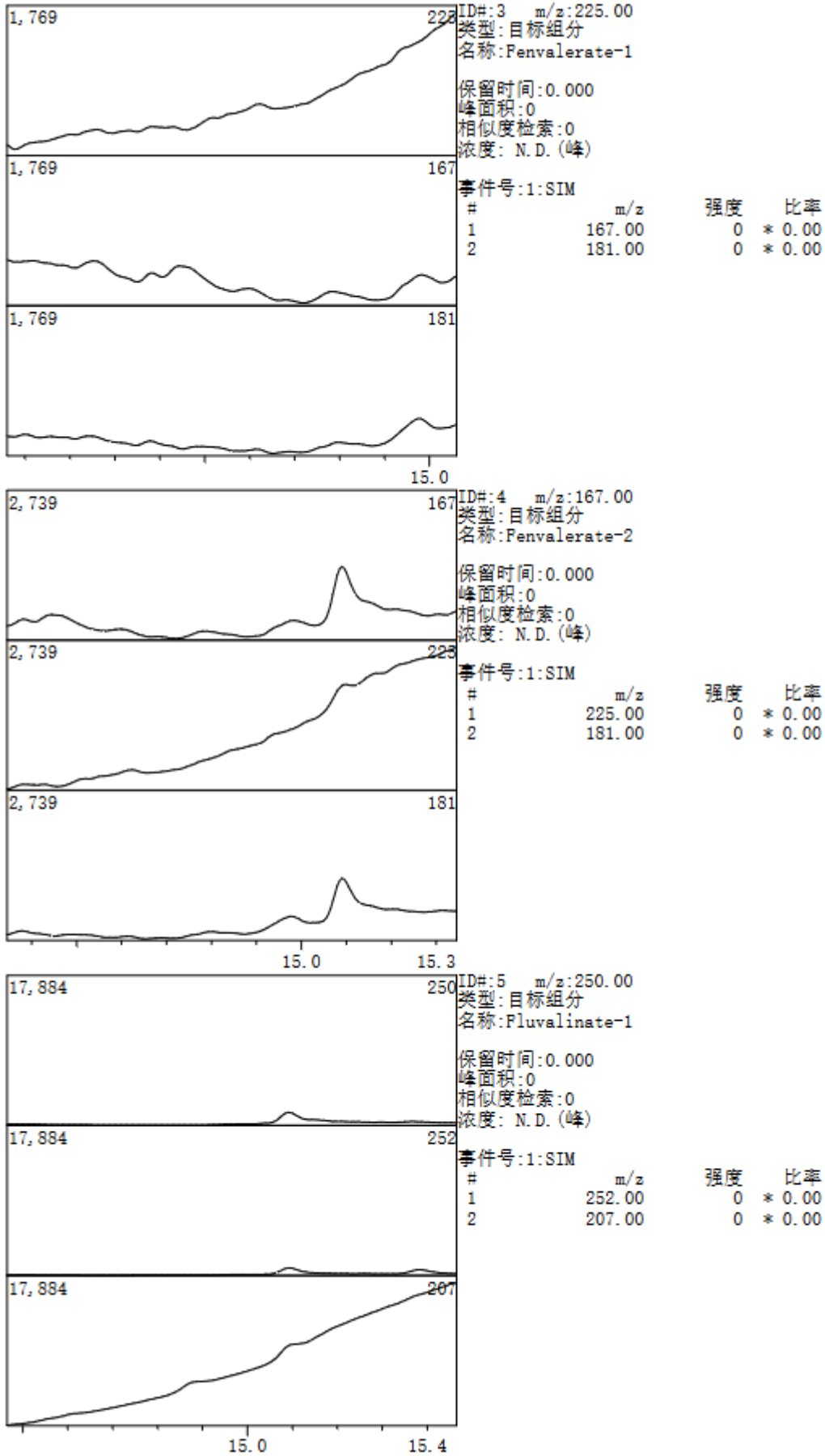
定量结果表

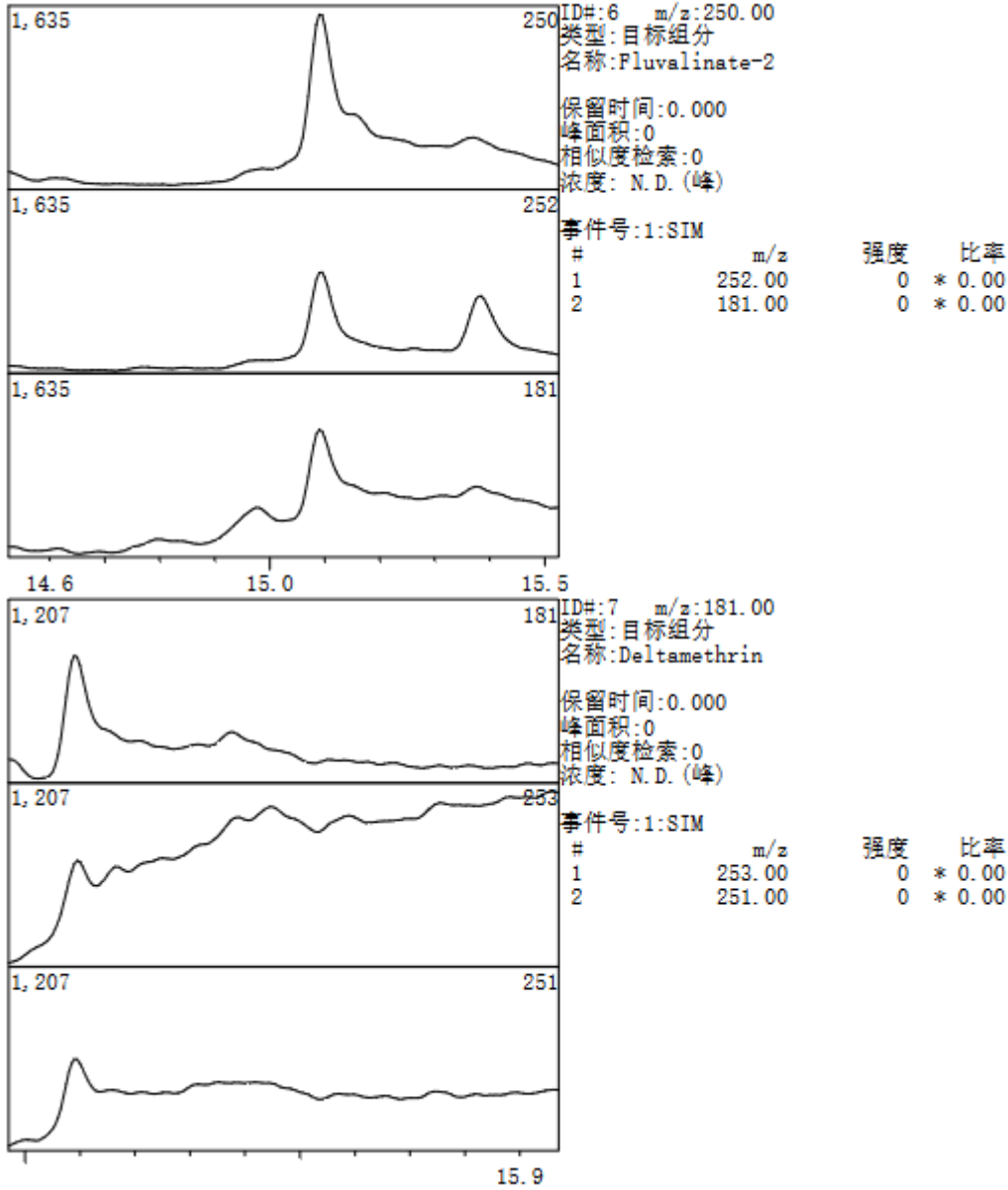
ID号	名称	保留时间	m/z	峰面积	峰高	浓度	浓度保留指数
1	Tefluthrine	-	177.00	---	---	N.D. (W/B)	ug/ml 0
2	Bifenthrin	-	181.00	---	---	N.D. (峰)	ug/ml 0
3	Fenvalerate-1	-	225.00	---	---	N.D. (峰)	ug/ml 0
4	Fenvalerate-2	-	167.00	---	---	N.D. (峰)	ug/ml 0
5	Fluvalinate-1	-	250.00	---	---	N.D. (峰)	ug/ml 0
6	Fluvalinate-2	-	250.00	---	---	N.D. (峰)	ug/ml 0
7	Deltamethrin	-	181.00	---	---	N.D. (峰)	ug/ml 0



(2) 样品溶液





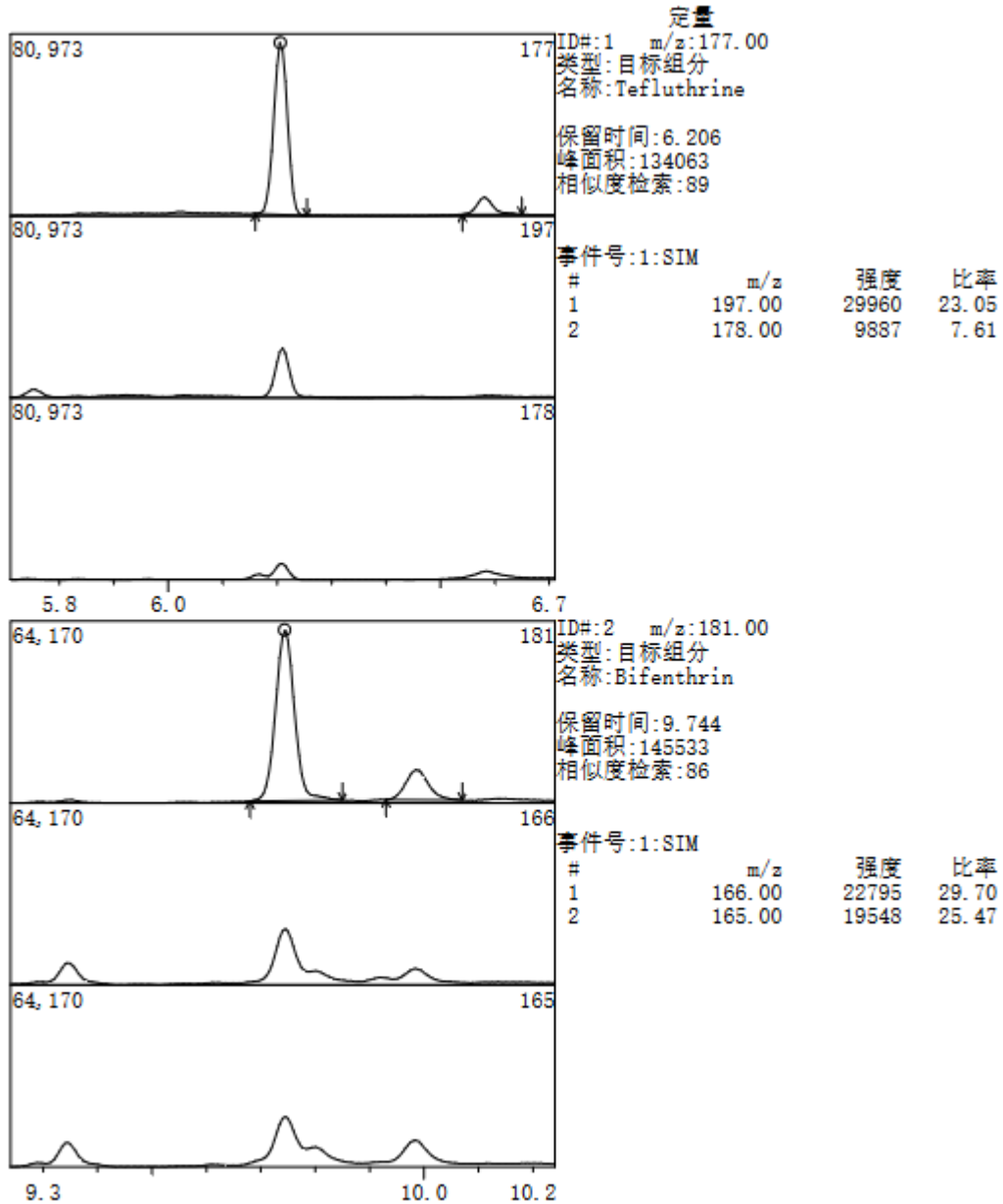


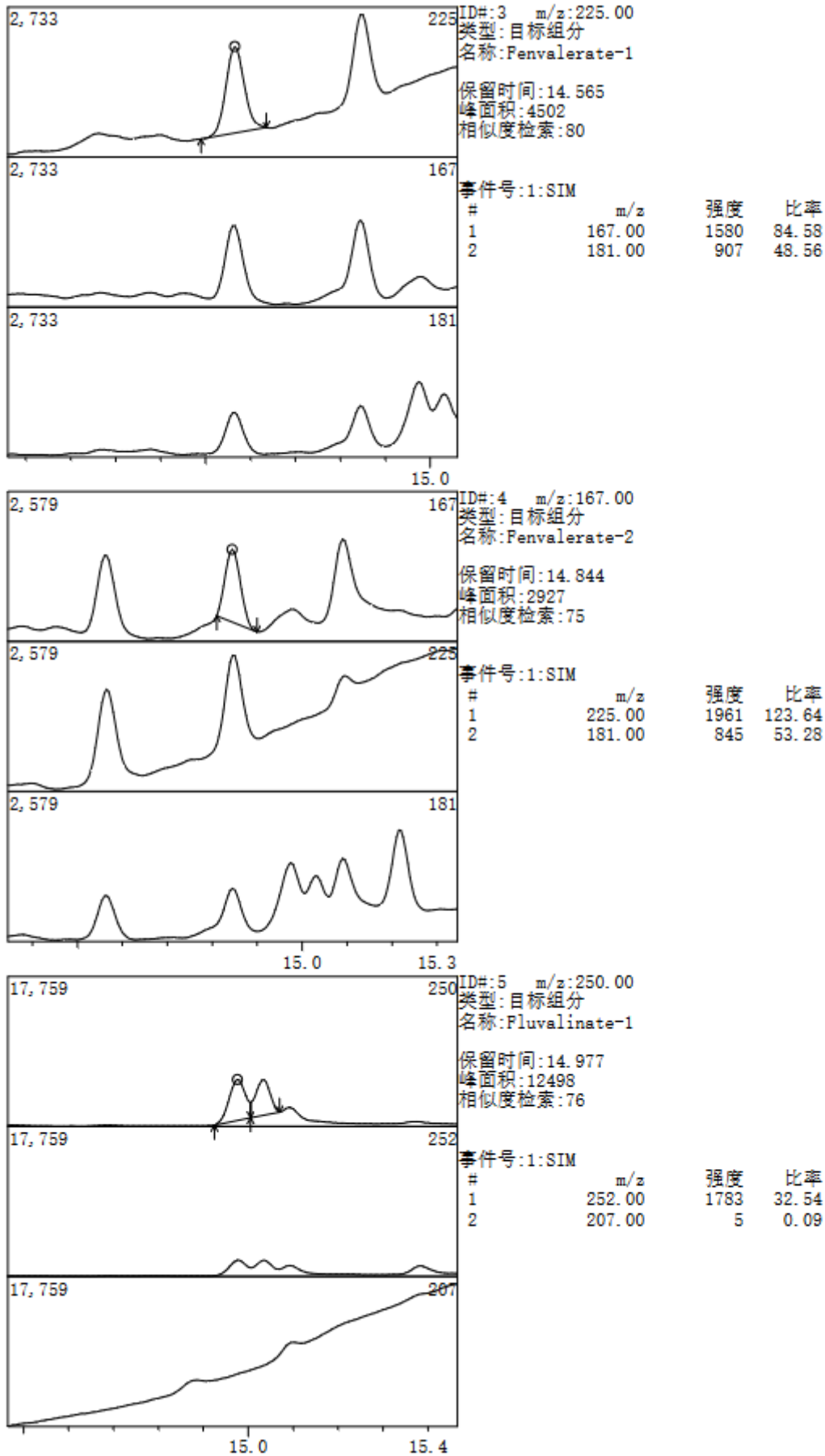
定量结果表

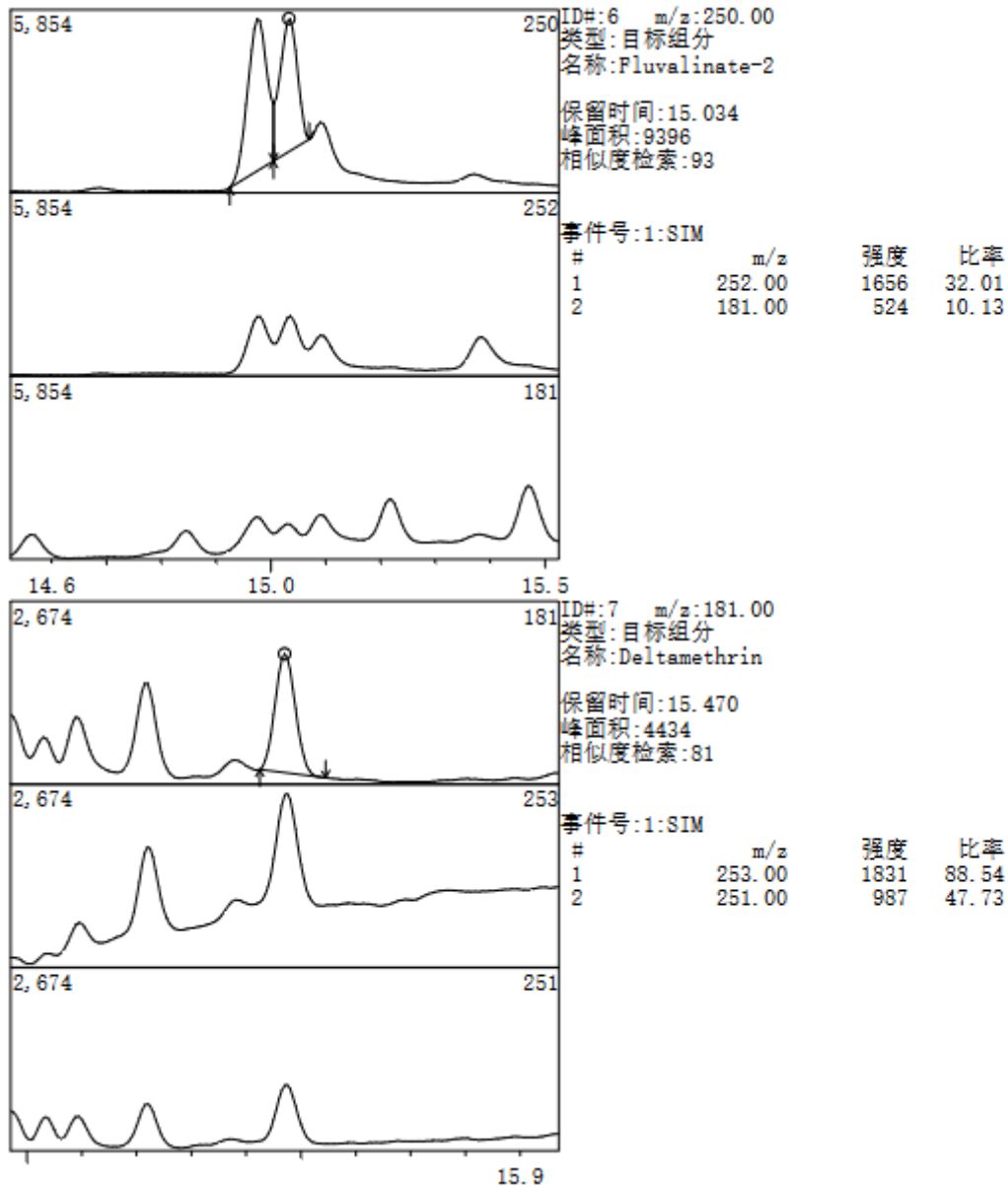
ID号	名称	保留时间	m/z	峰面积	峰高	浓度	浓度保留指数
1	Tefluthrine	-	177.00	---	---	N. D. (W/B) ug/ml	0
2	Bifenthrin	-	181.00	---	---	N. D. (W/B) ug/ml	0
3	Fenvalerate-1	-	225.00	---	---	N. D. (峰) ug/ml	0
4	Fenvalerate-2	-	167.00	---	---	N. D. (峰) ug/ml	0
5	Fluvalinate-1	-	250.00	---	---	N. D. (峰) ug/ml	0
6	Fluvalinate-2	-	250.00	---	---	N. D. (峰) ug/ml	0
7	Deltamethrin	-	181.00	---	---	N. D. (峰) ug/ml	0



(3) 200 ng/mL 基质曲线





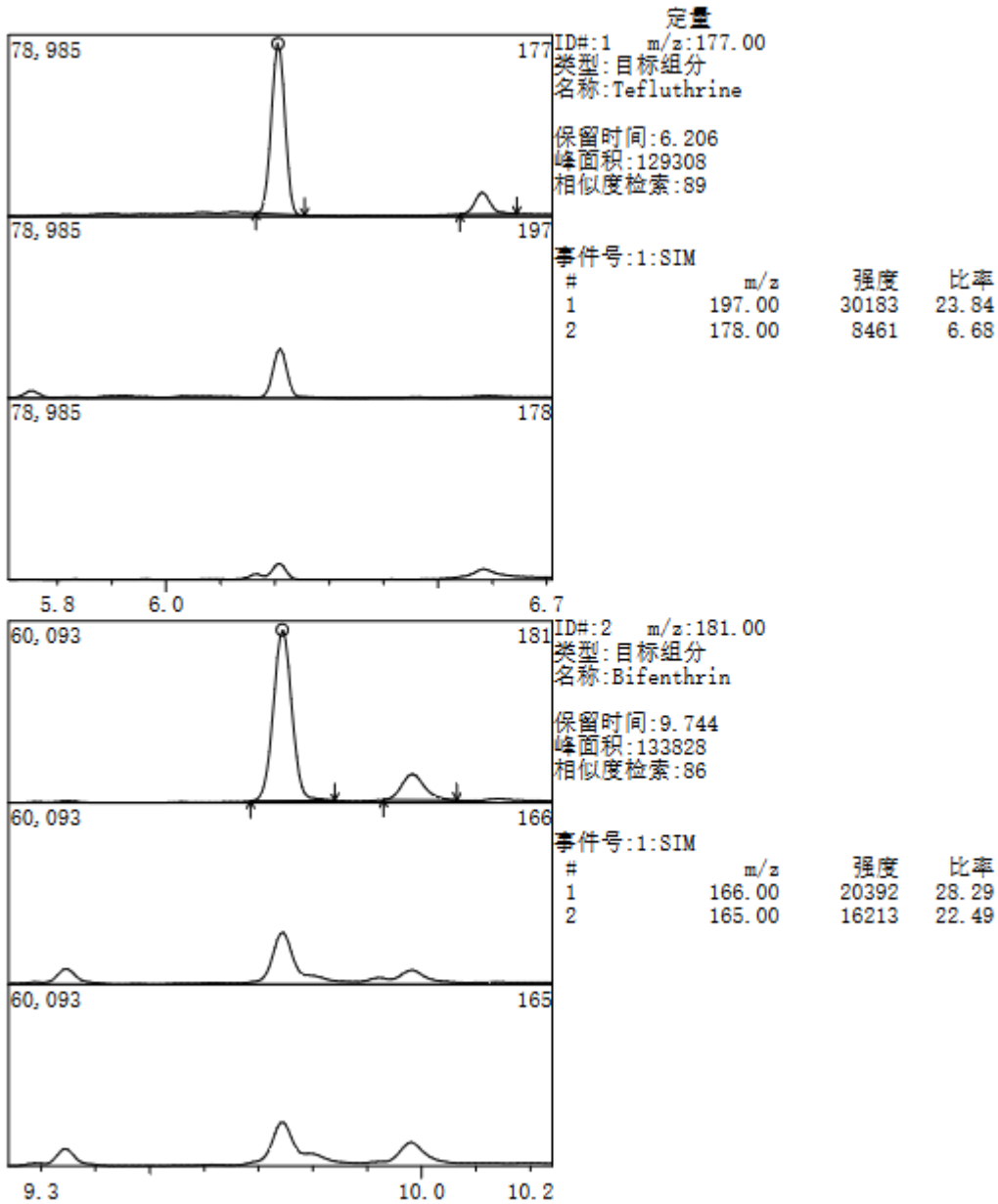


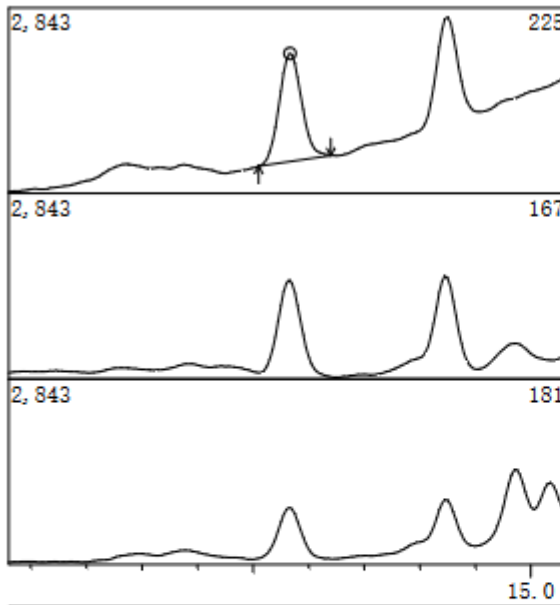
定量结果表

ID号	名称	保留时间	m/z	峰面积	峰高	浓度	浓度保留指数
1	Tefluthrine	6.206	177.00	134063	76445	ug/ml	0
2	Bifenthrin	9.744	181.00	145533	60259	ug/ml	0
3	Fenvalerate-1	14.565	225.00	4502	1578	ug/ml	0
4	Fenvalerate-2	14.844	167.00	2927	1249	ug/ml	0
5	Fluvalinate-1	14.977	250.00	12498	4857	ug/ml	0
6	Fluvalinate-2	15.034	250.00	9396	4242	ug/ml	0
7	Deltamethrin	15.470	181.00	4434	1732	ug/ml	0

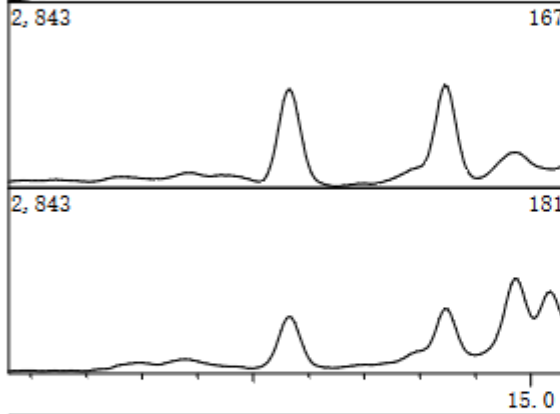


(4) 样品加标 200 ng/mL。



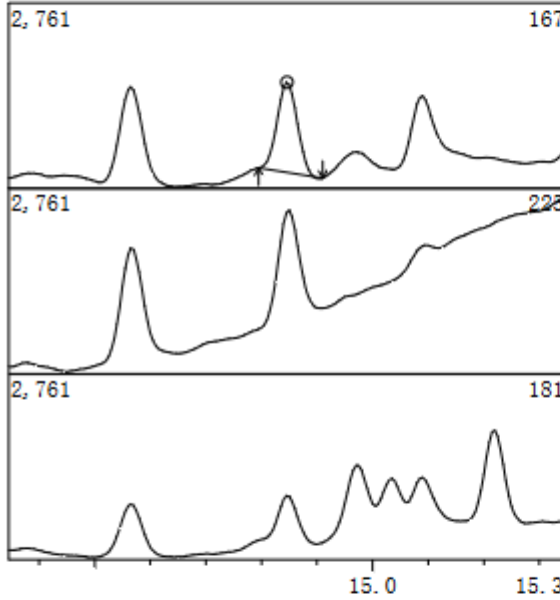


ID#：3 m/z:225.00
类型：目标组分
名称：Fenvalerate-1
保留时间：14.567
峰面积：4655
相似度检索：79

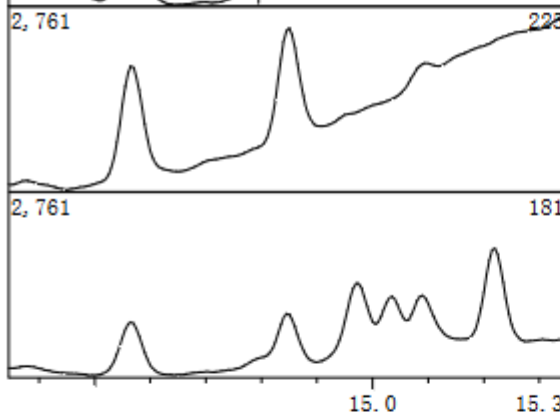


事件号：1:SIM

#	m/z	强度	比率
1	167.00	1687	85.46
2	181.00	908	46.00

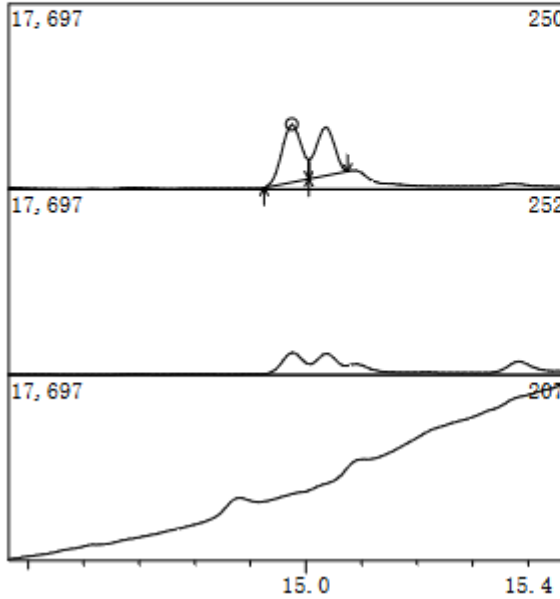


ID#：4 m/z:167.00
类型：目标组分
名称：Fenvalerate-2
保留时间：14.846
峰面积：3332
相似度检索：75

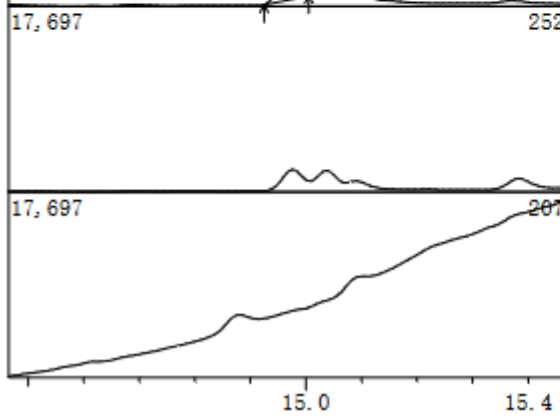


事件号：1:SIM

#	m/z	强度	比率
1	225.00	1932	119.93
2	181.00	814	50.53



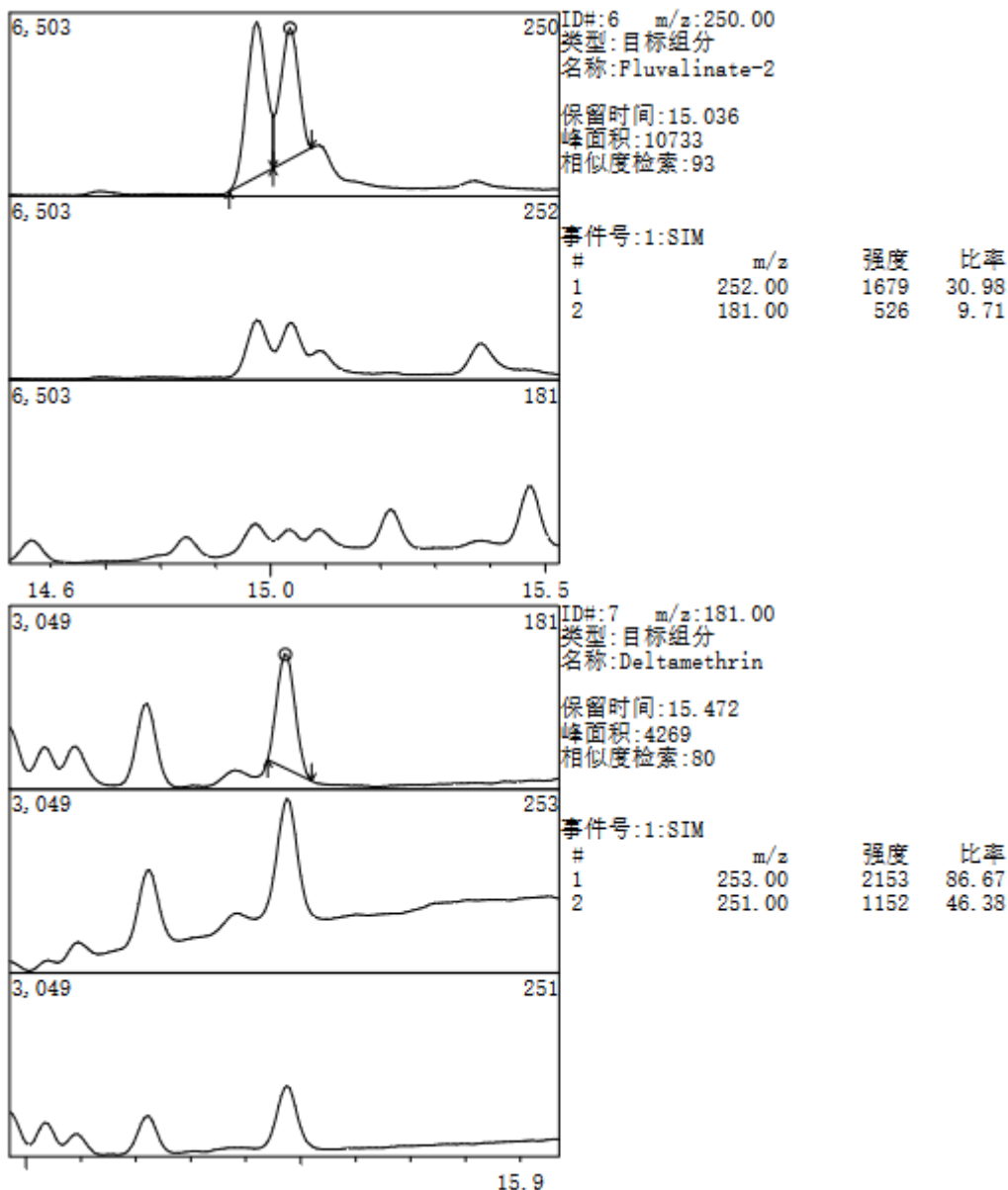
ID#：5 m/z:250.00
类型：目标组分
名称：Fluvalinate-1
保留时间：14.975
峰面积：13881
相似度检索：76



事件号：1:SIM

#	m/z	强度	比率
1	252.00	2059	32.83
2	207.00	184	2.93





定量结果表

ID号	名称	保留时间	m/z	峰面积	峰高	浓度	浓度保留指数
1	Tefluthrine	6.206	177.00	129308	74138	ug/ml	0
2	Bifenthrin	9.744	181.00	133828	56572	ug/ml	0
3	Fenvalerate-1	14.567	225.00	4655	1657	ug/ml	0
4	Fenvalerate-2	14.846	167.00	3332	1337	ug/ml	0
5	Fluvalinate-1	14.975	250.00	13881	5505	ug/ml	0
6	Fluvalinate-2	15.036	250.00	10733	4632	ug/ml	0
7	Deltamethrin	15.472	181.00	4269	1890	ug/ml	0



● 结论：

	基质曲线峰面积	样品加标峰面积	回收率%
七氟菊酯	134063	129308	96.5
联苯菊酯	145533	133828	92.0
氰戊菊酯	7429	7987	107.5
氟胺氰菊酯	21894	24614	112.4
溴氰菊酯	4434	4269	96.3

使用月旭 Alumina-N 固相萃取柱（500 mg，6 mL）检测猪肉中拟除虫菊酯类药物残留量中溴氰菊酯、联苯菊酯、氟胺氰菊酯、七氟菊酯、氰戊菊酯回收率满足要求。

日期：2023/02/21

