

气相色谱法测定蜂蜜和蜂王浆中氟胺氰菊酯残留量

GC-266

摘要： 本文利用 GC-2010 Pro 气相色谱仪搭配 ECD 检测器，参考现行标准《GB 31657.1-2021 食品安全国家标准 蜂蜜和蜂王浆中氟胺氰菊酯残留量的测定 气相色谱法》，建立了蜂蜜和蜂王浆中氟胺氰菊酯残留量的测定方法。实验结果表明，在 10~500 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围内，氟胺氰菊酯标准曲线线性关系良好，相关系数为 0.9999。取浓度为 20 $\mu\text{g/L}$ 的标准品溶液，重复进样 6 次，氟胺氰菊酯面积的 RSD% 为 0.98%，仪器精密度良好。加标回收率实验中，氟胺氰菊酯的平均加标回收率在 97.6~106.3% 之间。该方法简单方便，能够有效地检测蜂蜜和蜂王浆中氟胺氰菊酯的残留量。

关键词： 气相色谱仪 蜂蜜 蜂王浆 氟胺氰菊酯

技术特点：

- ❖ 样品经弗罗里硅柱净化能有效地去除干扰杂质。
- ❖ 采用 ECD 检测器检测，检测灵敏度高，重复性及回收率等指标均优于标准要求。

氟胺氰菊酯属于高效拟除虫菊酯类杀虫剂，在蜂蜜中体现为杀螨效果，对蜜蜂毒性较低，已被我国广泛用作防治蜂螨的杀虫剂。我国规定了蜂蜜中氟胺氰菊酯的残留量为 0.05 mg/kg。但若对氟胺氰菊酯长期不规范、超剂量使用，在蜂蜜身体中极易产生残留蓄积和迁移，为确保消费者的身体健康，降低氟胺氰菊酯在蜂产品中的残留量，提高蜂产品

食用安全，检测氟胺氰菊酯的含量是十分必要的。

本文参考《GB 31657.1-2021 食品安全国家标准 蜂蜜和蜂王浆中氟胺氰菊酯残留量的测定 气相色谱法》，采用岛津 GC-2010 Pro 搭配 ECD 检测器进行分析，该方法灵敏度高、重复性好，可用于蜂蜜和蜂王浆中氟胺氰菊酯含量的测定。

实验部分

1.1 仪器

GC-2010 Pro 气相色谱仪（配 ECD 检测器）

1.2 分析条件

| | | | |
|---------|--|----------|-----------------|
| 色谱柱： | SH-Rtx-5, 30 m×0.25 mm×0.25 μm | | |
| 柱温程序： | 80°C (1 min)_30°C /min_200°C (1 min)_10°C /min_280°C (6 min) | | |
| 进样口温度： | 280°C | 进样量： | 1 μL |
| 载气： | 氮气 | 检测器： | ECD 检测器 |
| 载气控制模式： | 恒线速度 | 检测器温度： | 320°C |
| 线速度： | 27.4 cm/sec | 检测器电流： | 1.0 nA |
| 进样方式： | 不分流进样 | ECD 气流量： | 60 mL/min |

样品前处理

按照《GB 31657.1-2021 食品安全国家标准 蜂蜜和蜂王浆中氟胺氰菊酯残留量的测定 气相色谱法》标准中的样品前处理步骤进行处理，如图 1 所示。

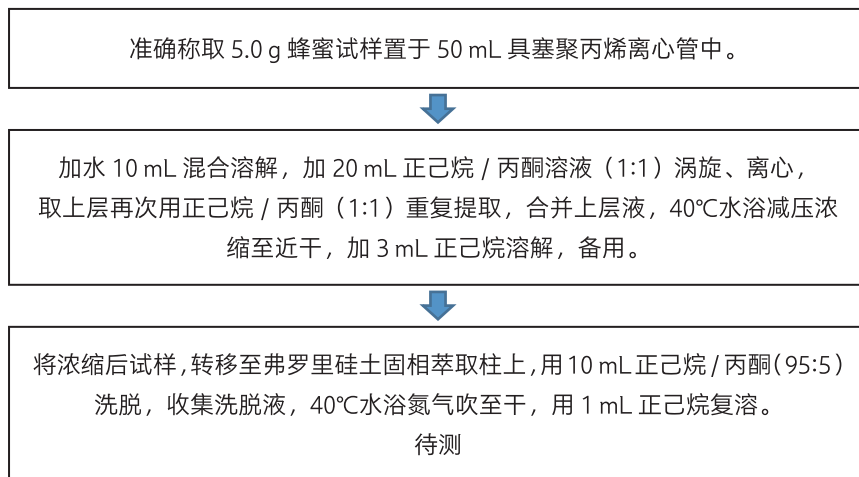


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

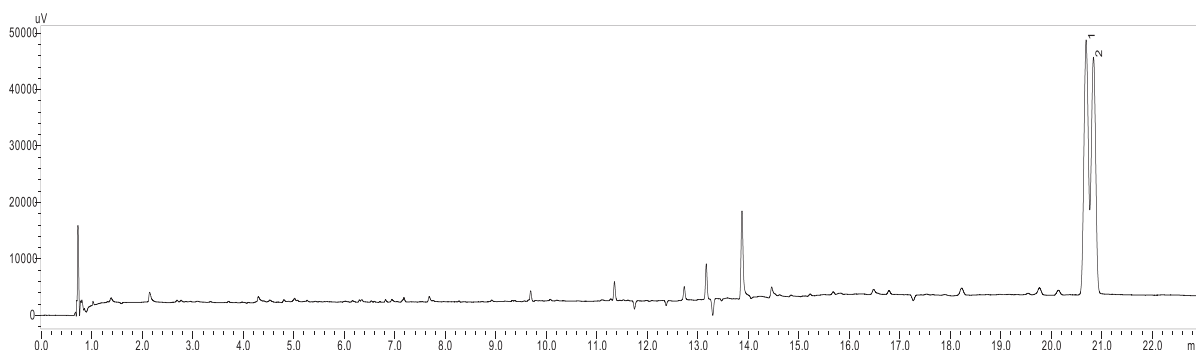


图 2 氟胺氰菊酯标准品色谱图 (500 μg/L)

表 1 化合物信息

| No. | 化合物名称 | 英文名称 | CAS 号 | 保留时间 (min) |
|-----|----------|-------------------|-------------|------------|
| 1 | 氟胺氰菊酯 -1 | Tau-fluvalinate-1 | 102851-06-9 | 20.701 |
| 2 | 氟胺氰菊酯 -2 | Tau-fluvalinate-2 | 102851-06-9 | 20.847 |

3.2 标准曲线及检出限

分别配制 10、20、50、100、200、500 μg/L 的氟胺氰菊酯标准溶液，取 1 μL 进样，使用组校准功能，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，建立标准曲线，标准曲线如图 3 所示。根据最低浓度点标样数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限，氟胺氰菊酯线性相关系数和检出限如表 2 所示。

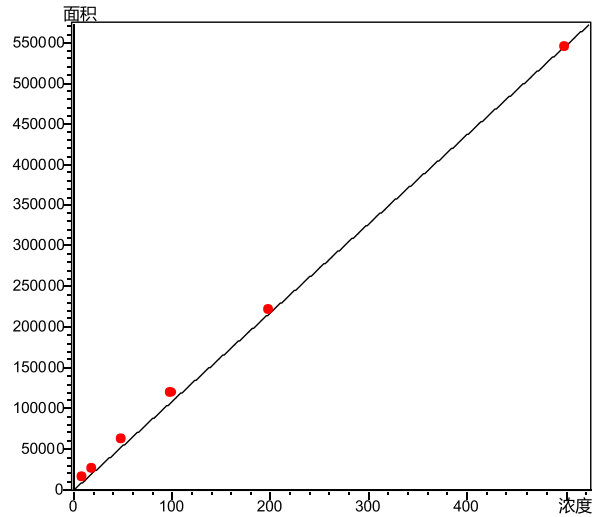


图3 氟胺氰菊酯标准曲线

表2 氟胺氰菊酯曲线线性关系及检出限

| No. | 化合物名称 | 相关系数 | 检出限 (μg/L) |
|-----|-------|--------|------------|
| 1 | 氟胺氰菊酯 | 0.9999 | 0.007 |

3.3 重复性测试

取浓度为 20 μg/L 的氟胺氰菊酯标准溶液，连续 6 次进样，考察重复性。结果见表 2。

表2 重复性结果 (n=6)

| No. | 化合物 | 峰面积 | | | | | | RSD (%) |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| 1 | 氟胺氰菊酯 | 20462 | 20586 | 20289 | 20652 | 20239 | 20161 | 0.98 |

3.4 样品测定

取某品牌蜂蜜样品，按前述样品前处理步骤进行处理，上机检测。该样品未检出氟胺氰菊酯。该样品色谱图如下所示。

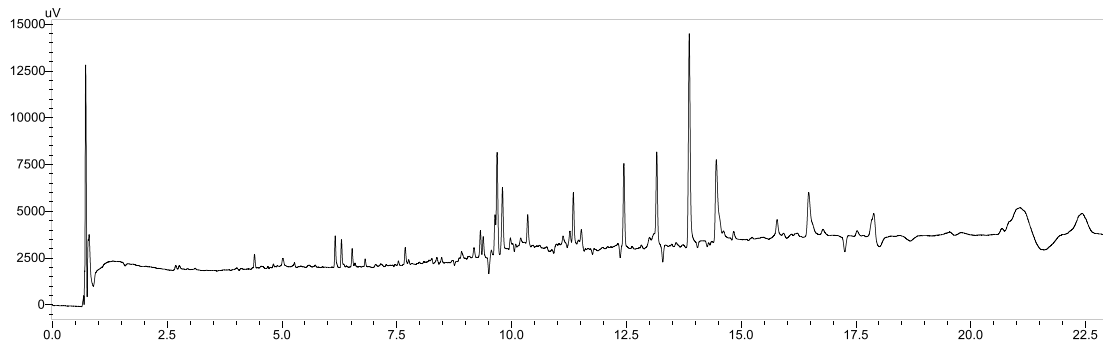


图4 蜂蜜样品色谱图

3.5 加标回收率测试

取 5.0 g 蜂蜜样品, 并对实际样品进行低中高浓度加标实验, 氟胺氰菊酯加标浓度分别为 5.0、10 和 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。重复处理 3 次, 取三次平行测定结果的平均值评估回收率, 加标回收结果见表 4。

表 4 加标回收测试结果

| No. | 化合物名称 | 样品含量 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) | 加标浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) | 测定含量 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) | | | RSD (%) | 平均回收率 (%) |
|-----|-------|-------------------------------------|-------------------------------------|----------------------------------|-------|-------|------------|--------------|
| | | | | 1 | 2 | 3 | | |
| 1 | 氟胺氰菊酯 | N.D. | 5.0 | 4.86 | 4.90 | 4.85 | 0.54 | 97.6 |
| | | | 10.0 | 10.47 | 10.79 | 10.44 | 1.84 | 106.3 |
| | | | 20.0 | 20.50 | 20.78 | 20.88 | 0.95 | 103.2 |

注: N.D. 表示未检出

■ 结论

采用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪搭配 ECD 检测器, 参考现行标准《GB 31657.1-2021 食品安全国家标准 蜂蜜和蜂王浆中氟胺氰菊酯残留量的测定 气相色谱法》, 建立了蜂蜜和蜂王浆中氟胺氰菊酯含量的检测方法。在 10~500 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的浓度范围内, 氟胺氰菊酯标准曲线线性关系良好, 相关系数为 0.9999。取浓度为 20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的氟胺氰菊酯标准溶液, 重复进样 6 次, 氟胺氰菊酯峰面积的 RSD% 为 0.98%, 仪器精密度良好。加标回收率实验中, 氟胺氰菊酯的平均加标回收率在 97.6~106.3% 之间。该方法操作简单、灵敏度高、重复性好, 可用于蜂蜜和蜂王浆中氟胺氰菊酯含量的测定。

岛津应用云

