

食品中环氟菌胺残留量的测定 GB23200.30-2016

1、适用范围

适用于食品中环氟菌胺残留量的测定（本实验采用大米为样品）

参考标准：《GB 23200.30-2016 食品安全国家标准 食品中环氟菌胺残留量的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准工作液 10 μ g/mL: 准确移取 1mL 标准贮备液, 用丙酮-正己烷 (1+1, v/v) 稀释并定容至 10mL, 冷藏保存。
- 2) 标准使用液 1 μ g/mL: 准确移取 1mL 标准工作液, 用丙酮-正己烷 (1+1, v/v) 稀释并定容至 10mL, 冷藏保存。
- 3) 磷酸缓冲液 0.5mol/L pH=7.0: 称取 52.7g 磷酸氢二钾和 30.2g 磷酸二氢钾, 加入 500mL 水溶解, 用氢氧化钠调节 pH=7.0, 加水定容至 1L。
- 4) 丙酮-正己烷 (1+1, v/v): 量取 100mL 丙酮和 100mL 正己烷, 混匀。
- 5) 乙腈甲苯 (3: 1, v/v): 量取乙腈 300mL, 甲苯 100mL, 混匀。

3、提取步骤

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

称取 2g 样品，加入 5mL 水，静置 5min，再用乙腈提取 20mL，离心 8000r/min（5min），移取上清液于 50mL 容量瓶中；用 10mL 乙腈再提取两次，最后用乙腈定容至 50mL（若上清液不够澄清，可再次离心一次，选取澄清提取液）。取 20mL 提取液+10g 氯化钠+20mL 磷酸缓冲液，剧烈摇晃，离心 8000r/min（2min）取上层乙腈层，待净化

4、SPE 净化步骤

（一）SPE 柱：月旭 Welchrom[®] C18E 规格：1000mg/6mL

活化：10mL 乙腈,弃去

上样：待净化液，收集

洗脱：2mL 乙腈,收集于鸡心瓶中，并压干。

复溶：45°C减压旋蒸至近干，用 2mL 乙腈-甲苯（3:1）复溶，待 Carb-NH₂ 净化。

（二）SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Carb/NH₂ 规格：500mg/ 500mg/6mL

活化：10mL 乙腈-甲苯（3:1），弃去

上样：待净化液，收集

洗脱：25mL 乙腈-甲苯（3:1），收集于鸡心瓶中，并压干。

复溶：45°C减压旋蒸至近干，用 1mL 丙酮-正己烷（1:1）复溶，过 0.22μm 有机滤头，待检测。

5、注意事项

加标水平：2g 样中加入 0.1mL 1μg/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 0.05mg/kg，机读数为 0.04μg/mL。

6、色谱条件

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

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25 μ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
升温程序	70 $^{\circ}$ C以 25 $^{\circ}$ C/min 升温至 260 $^{\circ}$ C, 保持 1min, 以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 300 $^{\circ}$ C, 保持 10min
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	无分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	2 μ 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 $^{\circ}$ C
离子源温度	230 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
选择监测离子 (m/z)	412,321,294,275
溶剂延迟	7min

7、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: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

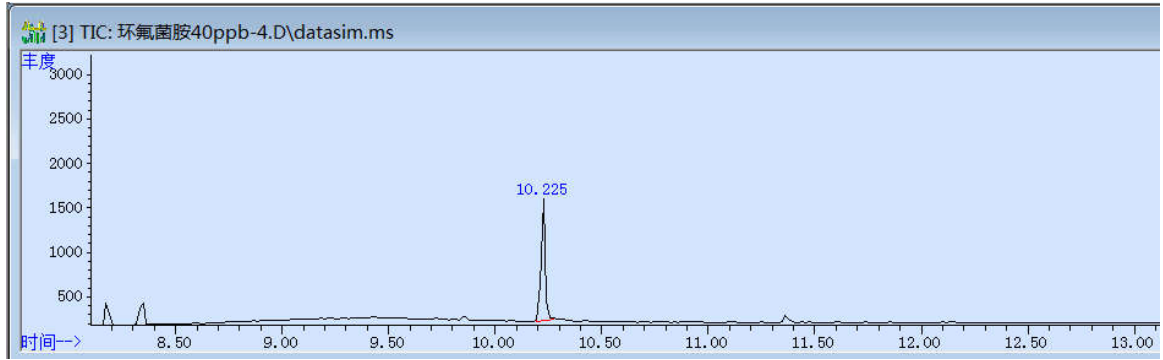


图 1 环氟菌胺标准品 0.04 μ g/mL 图谱

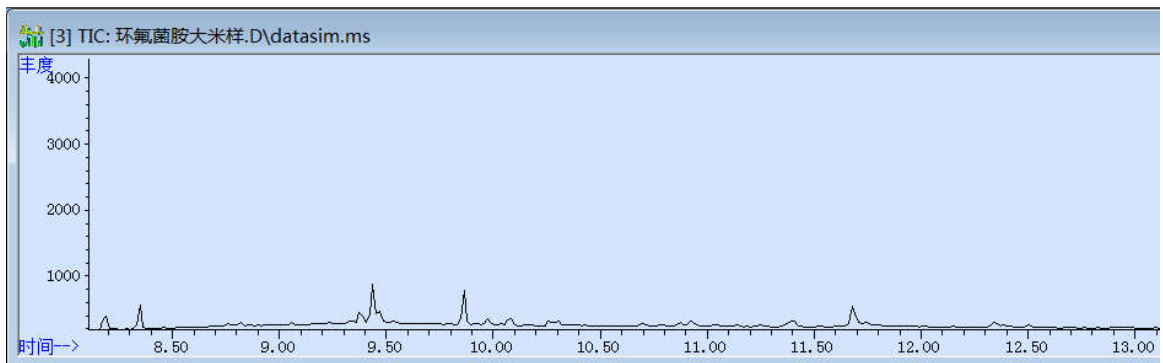


图 2 大米样过柱图谱

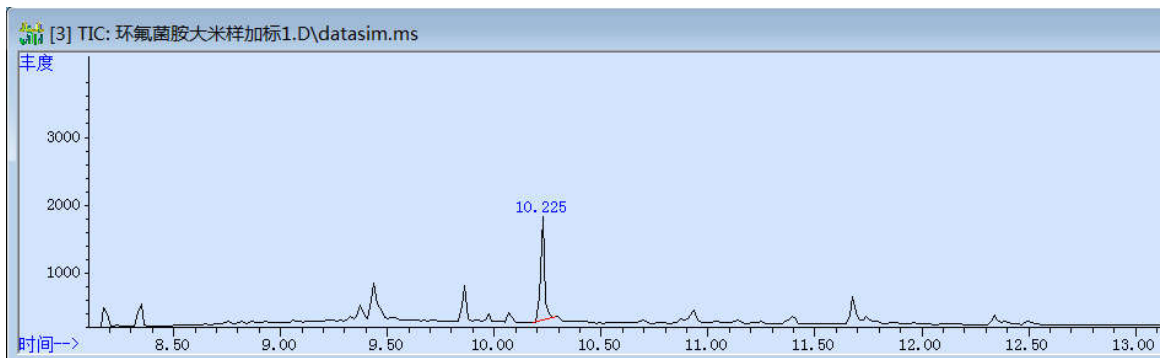


图 3 .大米样加标 0.05mg/kg 过柱图谱

表 2. 回收表

基质	加标水平	平均回收率%	RSD %
番茄	0.05 mg/kg	106.45%	3.61%

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
00559-11006	SPE 小柱	Welchrom® C18E,500mg/6ml,30pk
00527-20011	SPE 小柱	Welchrom® Carb/NH ₂ ,500mg/500mg/6ml,30pk
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
CDAA-S-420103-HA-1ml	环氟菌胺胺标准品	CAS 号 180409-60-3, 100mg/L 于环己烷, 1ml/瓶

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