

## 食品中噻菌环胺残留量的测定 GB23200.52-2016

### 1、适用范围

适用于大米、大豆、小苾菜、甜豌豆、梨、柑桔、花生、茶叶、牛肉、虾肉、蜂蜜中噻菌环胺残留量的测定（本实验采用大米、虾仁、蜂蜜为样品）

参考标准：《GB23200.52-2016 食品安全国家标准 食品中噻菌环胺残留量的测定 气相色谱-质谱法》

### 2、溶液的配制

1) 标准使用液：准确称取适量的噻菌环胺标准物，用丙酮配成浓度为 100ug/mL 的标准储备液。标准储备液在 0-4℃冰箱中保存。

2) 乙酸乙酯-环己烷（1+1，V/V）：取 100mL 乙酸乙酯、100mL 环己烷，混匀。

### 3、提取步骤

称取 5g 样品（本实验选用蜂蜜、大米、虾仁为样品，样品预先粉碎、混合均匀）于 50mL 具塞离心管中，加入 5mL 水混匀加入 15 mL 正己烷-丙酮(1+1,体积比)混合溶液，加入 5 g 氯化钠，漩涡摇匀，超声提取 20min，并于 4 000 r/min 离心 5 min。吸取上层有机相于浓缩瓶中，残渣中加入 15 mL 正己烷-丙酮(1+1,体积比)混合溶液，重复提取一次，合并上层有机相，在 45 °C 水浴中减压浓缩至近干。用环己烷-乙酸乙酯(1+1,体积比)溶解残渣定容至 10.0 mL，供凝胶色谱净化。

### 4、净化步骤

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

凝胶渗透色谱条件如下：

GPC 仪器型号	月旭 GPC-1600 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25×400mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）
流速	5.0 mL/min
进样量	5.0mL
收集时间	20-27min
波长	254nm



将 5mL 待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-环己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 20-27min

流分于 50mL 浓缩瓶中，45℃水浴减压浓缩近干，加入丙酮溶解残渣定容至 1mL，留待 GC-MS 分  
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

析。

## 5、注意事项

1) 加标水平: 5g 样中加入 0.2mL 100 $\mu$ g/L 的标准品使用液, 最后定容至 1mL, 该加标水平为 0.004 mg/kg, 机读数为 0.01  $\mu$ g/mL。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25 $\mu$ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
升温程序	初温 50 $^{\circ}$ C; 保持 1min, 以 20 $^{\circ}$ 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	脉冲不分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	2 $\mu$ 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)	定量 224 定性 225、226、210
溶剂延迟	8min

## 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

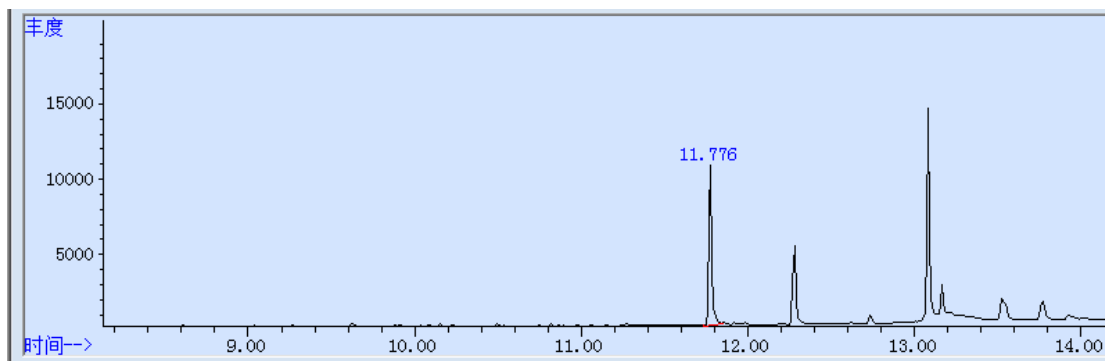


图 1 氯霉素标准品 0.01µg/mL 图谱

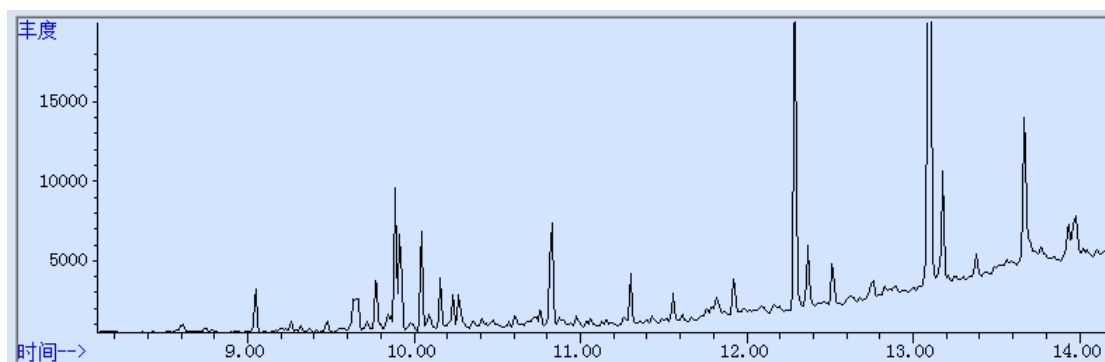


图 2 大米样品空白图谱

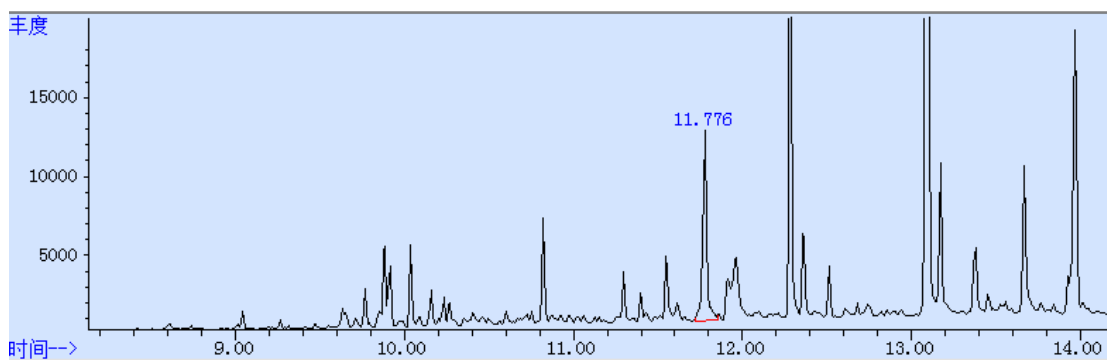
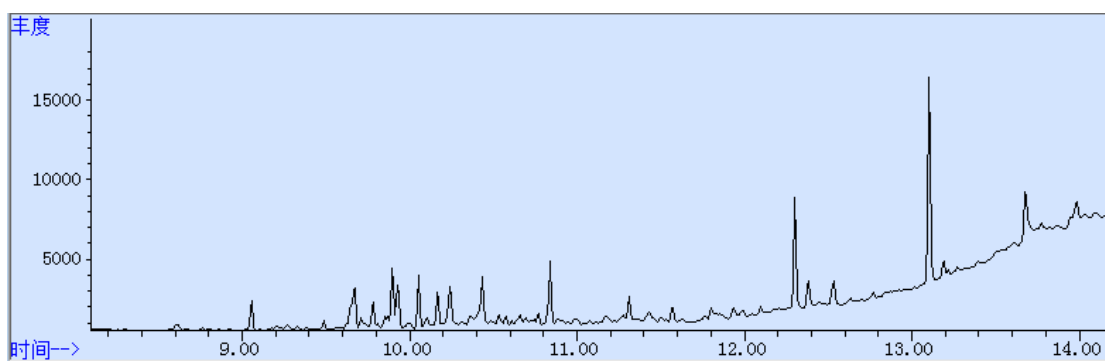


图 3 .大米样品加标 0.004mg/kg 图谱



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: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 4 蜂蜜样品空白图谱

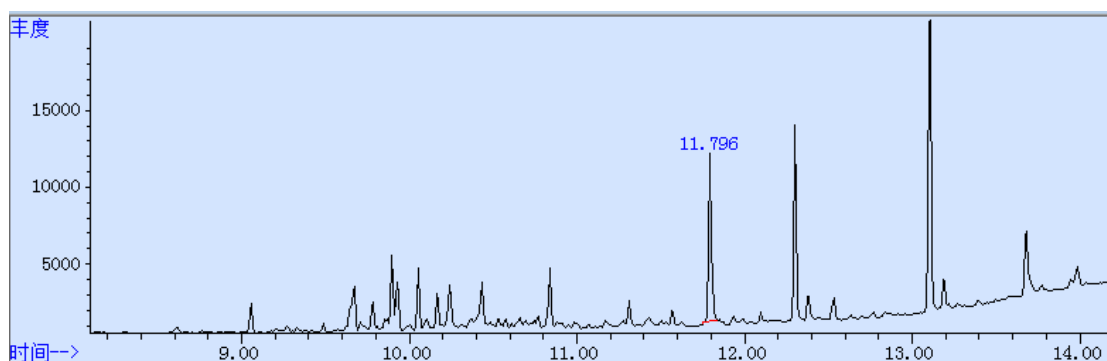


图 5 蜂蜜样品加标 0.004mg/kg 图谱

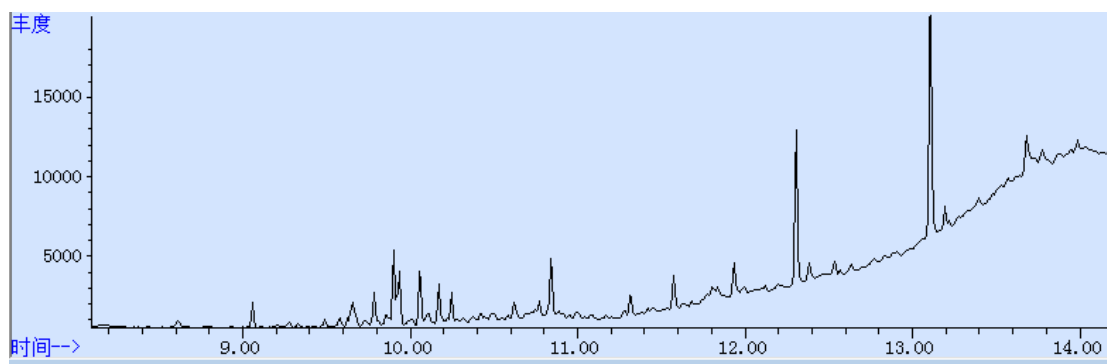


图 6 虾仁样品空白图谱

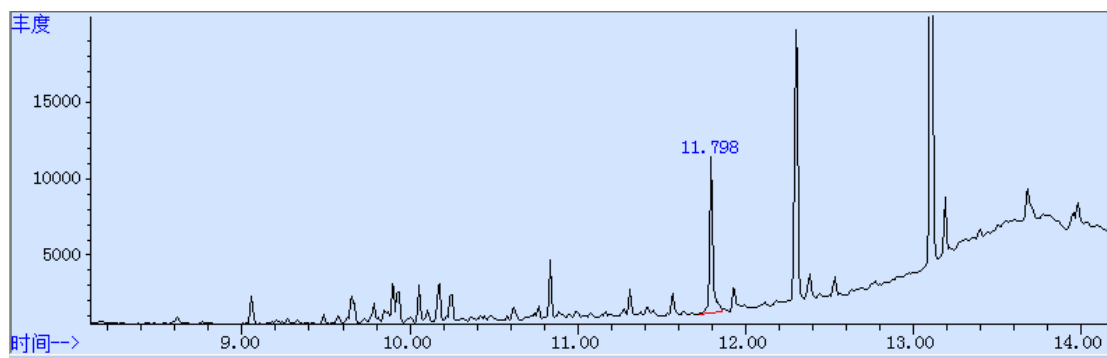


图 7 虾仁样品加标 0.004mg/kg 图谱

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: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

表 2. 回收率表

样品	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD%
大米	0.004	100%	3.65%
蜂蜜	0.004	97%	4.88%
虾仁	0.004	99%	0.71%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads S-X3 400*25mm
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
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, 0.25 $\mu$ m
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY, 13mm*0.22 $\mu$ m, 100pk
	噻菌环胺标准品	CAS:121552-61-2

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