

## 肉及肉制品中苯胺灵残留量的测定 GB23200.61-2016

### 1、适用范围

适用于肉及肉制品中苯胺灵残留量的测定（本实验采用猪肉为样品）

参考标准：《GB23200.61-2016 食品安全国家标准 食品中苯胺灵残留量的测定 气相色谱-质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准使用液 1 $\mu$ g/mL：准确移取 0.1mL 标准储备液，用正己烷定容至 10ml，2-8 $^{\circ}$ C 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，置于 50mL 具塞离心管中，加入 3g 氯化钠，再加入 10mL 乙酸乙酯-环己烷(1+1) 混合溶液，涡旋混匀 2min，超声提取 20min，以 8000r/min 离心 5min，上清液过 0.45 $\mu$ m 滤膜后待 GPC 净化。

### 4、净化步骤

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 $\times$ 400mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）

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

流速	5.0 mL /min
进样量	5.0mL
收集时间	19-25min
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 19-25min 流分于 50mL 离心管中，40℃氮吹至干，加入 1mL 乙酸乙酯溶解残渣，上清液经 0.22 $\mu$ m 滤头过滤后，留待 GC-MS 分析。

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

## 5、注意事项

- 1) 加标水平: 5g 样中加入 0.05mL 1 $\mu$ g/mL 的标准品使用液, 最后定容至 1mL, 该加标水平为 0.01 mg/kg, 机读数为 0.025  $\mu$ g/mL。
- 2) 标准中提取液为乙酸乙酯-正己烷 (1+1), 且需多次提取, 本实验减少了提取次数, 略去了浓缩步骤, 提高了实验效率。

## 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	260 $^{\circ}$ C
升温程序	初温 80 $^{\circ}$ C; 以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 130 $^{\circ}$ C, 再以 0.5 $^{\circ}$ C/min 升温至 136 $^{\circ}$ C, 40 $^{\circ}$ C 升温至 280 $^{\circ}$ C, 保持 2min
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	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 93 定性 120(34)、137 (42)、179 (54)
溶剂延迟	5min

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

## 7、色谱图或者加标回收率结果

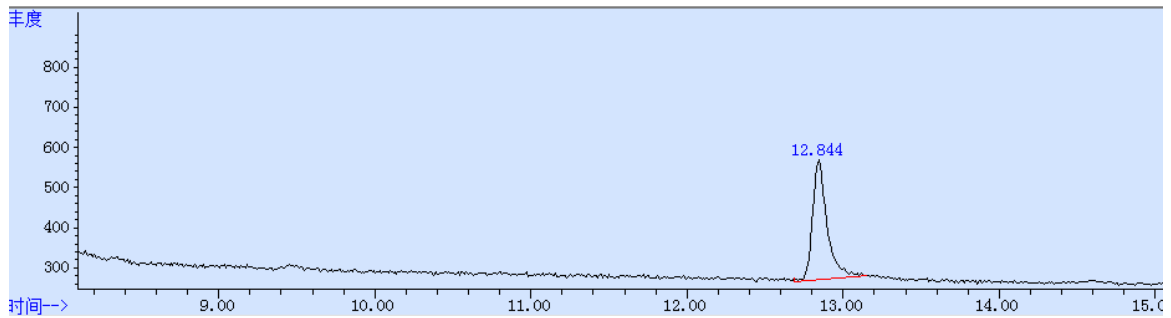


图 1 苯胺灵标准品 0.025µg/mL 图谱

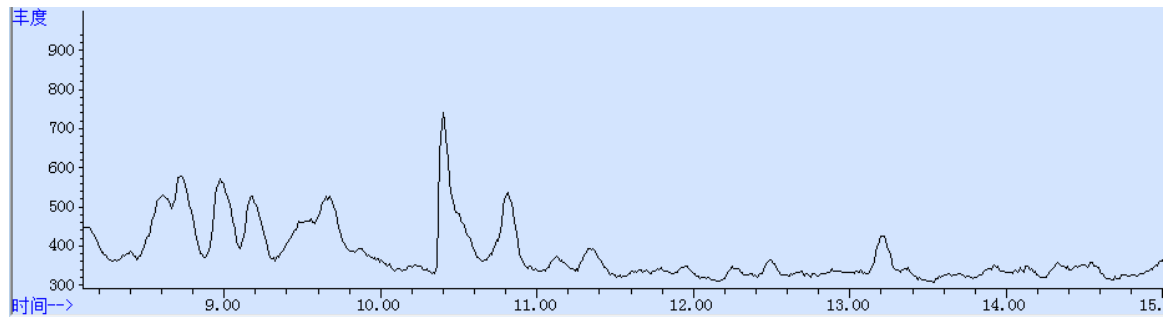


图 2 猪肉样品空白图谱

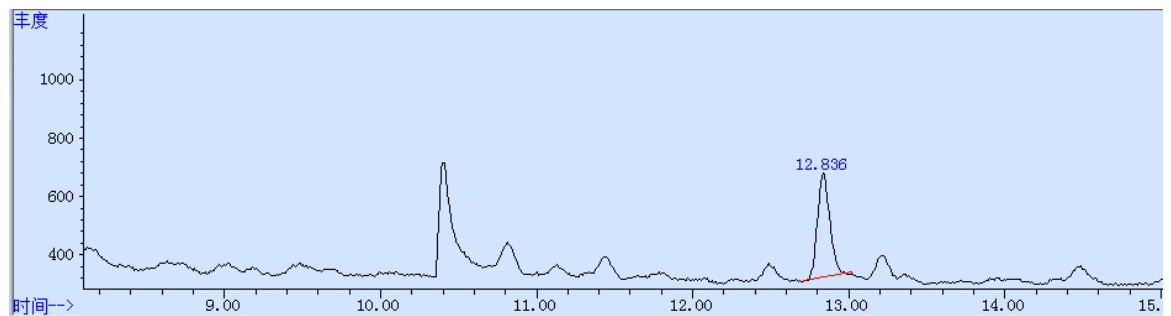


图 3 .猪肉样品加标 0.01mg/kg 图谱

表 2. 回收率表

分类	加标水平 mg/kg	回收率/%	RSD (n=2) /%
猪肉	0.01mg/kg	93.03	1.89

## 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

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

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
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
	苯胺灵标准品	CAS:1122-42-9,100mg/L 于正己烷, 1.1mL

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