

## 鸡可食性组织中尼卡巴嗪残留量的测定 GB 29691-2013

### 1、适用范围

适用于鸡可食性中尼卡巴嗪残留量的测定（该实验基质为鸡肉）

参考标准：《GB 29691-2013 食品安全国家标准 鸡可食性组织中尼卡巴嗪残留量的测定 高效液相法》

### 2、溶液的配制

- 1) 尼卡巴嗪标准储备液：取 10mg 尼卡巴嗪标准品，用二甲基甲酰胺溶液溶解并稀释至 10mL，浓度为 1mg/mL，作为尼卡巴嗪的储备液。
- 2) 尼卡巴嗪标准工作液：移取 0.1mL 尼卡巴嗪储备液，用甲醇定容至 10mL，浓度为 0.01mg/mL，作为标准工作液
- 3) 70%乙腈水:70mL 乙腈与 30mL 水互溶。

### 3、提取步骤

鸡肉（搅碎）

2g（精确至 0.02g）样置于 50mL 离心管中，加入 10mL 乙腈，振荡 1min，超声 5min，8000rpm 离心 5min，移取上清液至 50mL 旋转蒸发瓶中，残渣中再加入 10mL 乙腈，重复提取一次，合并上清液，加正丙醇 3mL，60℃旋蒸至近干。加乙腈 0.5mL、正己烷 1mL，涡旋 1min，溶解，转移至 15mL 离心管中，用乙腈 0.5mL、正己烷 1mL 重复涡旋溶解一次，合并 2 次溶液至 15mL 离心管中，加 2mL 正己烷，振荡，4000rpm 离心 5min，弃去上层正己烷，下层再加 2mL 正己烷，振荡，4000rpm

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

离心 5min，取下层乙腈相待净化。

#### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®C18E，规格：500mg/3mL

活化:10mL 乙腈，弃去

上样:待净化液全部上样，收集

洗脱:4mL70%乙腈水，压干收集，60℃旋蒸至近干，加 2mL 乙腈旋蒸至干，加 2mL 流动相复溶，过 0.22μm 有机滤头，上机检测。

#### 5、注意事项

加标水平：在 2g 样中精确加入 0.02mL 的 0.01mg/mL 标准工作液，加标水平为 0.1mg/kg，机读数为 0.1mg/L。

#### 6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6×250mm, 5μm

流动相：A-乙腈，B-水（等度 A:B=58:42）

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：340nm

## 7、色谱图或者加标回收率结果

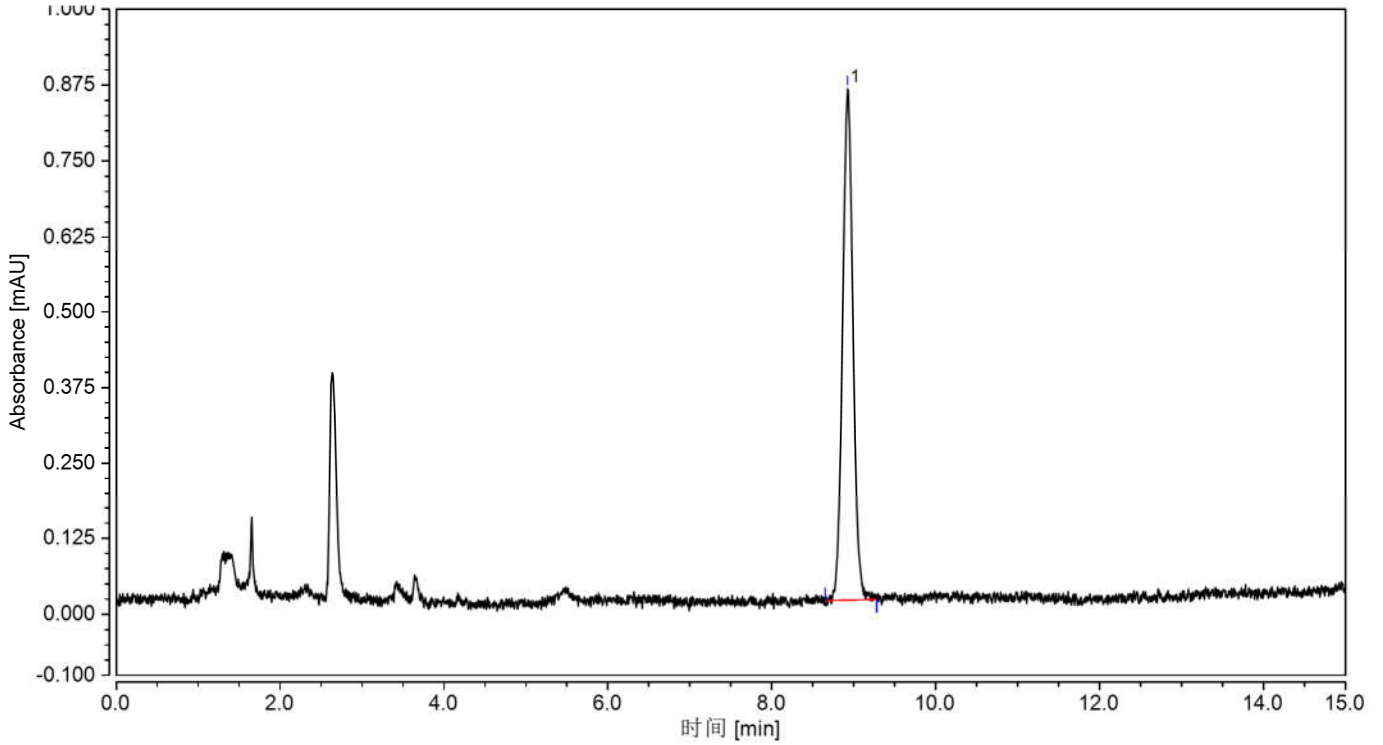


图 1、尼卡巴嗪 0.1mg/L 标准图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
尼卡巴嗪	8.925	0.124	0.846	100.00	1.07	n.a.	24223

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

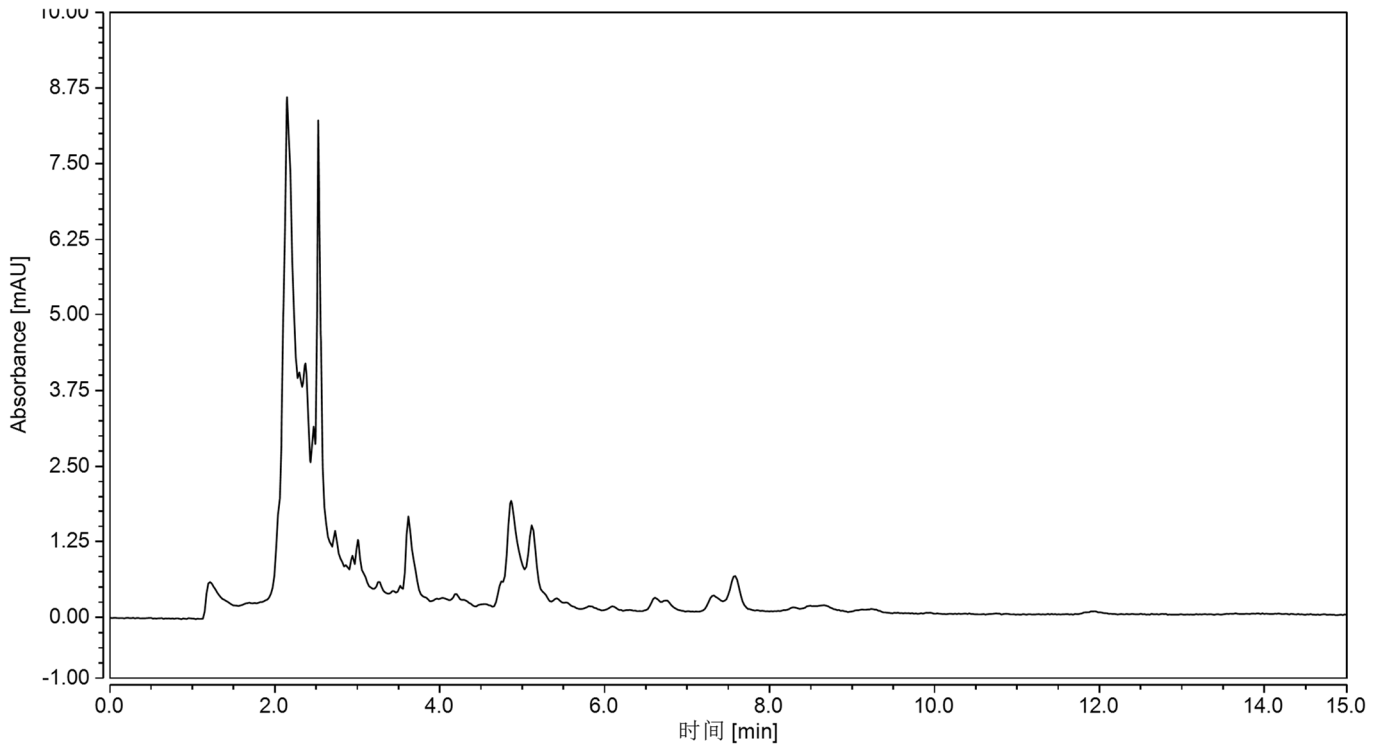


图 2、 鸡肉空白过柱图谱

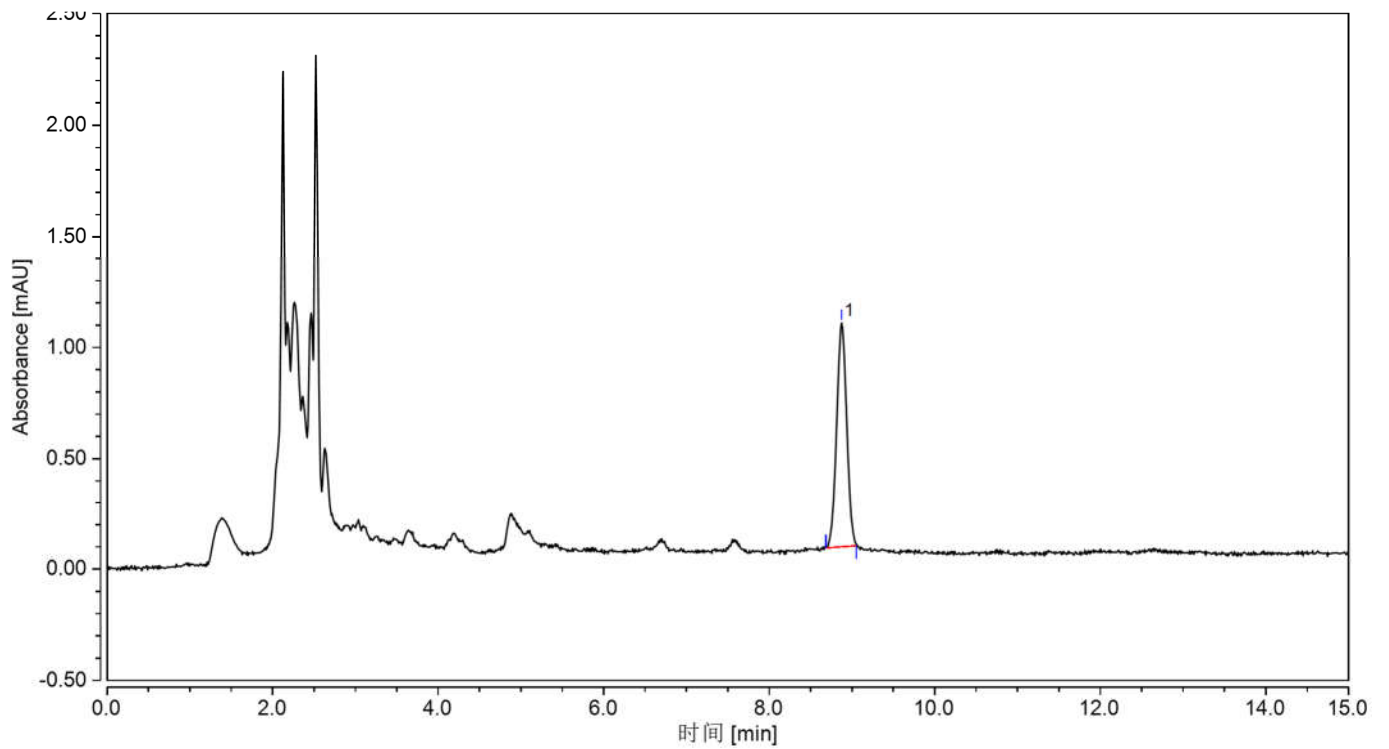


图 3、 鸡肉样加标 0.1mg/kg 图谱

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 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
尼卡巴嗪	0.1	116	1.48

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00559-11005	SPE 小柱	Welchrom® C18E,500mg/3mL, 50pk
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
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
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
00201-31043	Ultimate®XB-C18	4.6×250mm, 5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	尼卡巴嗪标准品	CAS:330-95-0

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