

食品中氟硅唑残留量的测定 GB23200.53-2016

1、适用范围

适用于食品中氟硅唑残留量的测定（本实验采用黄瓜和猪肉为样品）

参考标准：《GB23200.53-2016 食品安全国家标准 食品中氟硅唑残留量的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液 100 μ g/mL：准确移取 1ml 标准贮备液 1000ppm，用乙腈稀释并定容至 10ml，冷冻保存。
- 2) 标准工作液 10 μ g/mL：准确移取 1ml 标准贮备液 100ppm，用乙腈稀释并定容至 10ml，冷冻保存。
- 3) 淋洗液：乙腈-甲苯（7+3）：量取乙腈 700mL，甲苯 300mL，混匀。

3、提取步骤

猪肉，大米：称取 5 g (精确至 0.01 g) 试样于 50 mL 离心管中，加水 5 mL 混匀。加入 20mL 乙腈，加入 5 g 氯化钠，摇匀，并于 8000 r/min 离心 3 min。吸取上层有机相于浓缩瓶中，残渣中加入 15 mL 乙腈，重复提取一次，合并上层有机相，在 45C 水浴中减压浓缩至近干。准确加入 5.0mL 乙腈-甲苯，混匀，待净化

4、SPE 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

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

活化：10mL 乙腈-甲苯（7+3），弃去

上样：准确移取 2.5ml 待净化液上样，并收集

洗脱：7.5mL 乙腈-甲苯（7+3）（润洗鸡心瓶）收集于 10mL 玻璃离心管中，并压干，40°C 水浴氮吹近干，用 1mL 乙腈复溶，待检测。

5、注意事项

1) 加标水平：5g 样中加入 0.01mL 10 μ g/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 0.05 mg/kg，机读数为 0.05 μ 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 μ m
进样口温度	280°C
升温程序	70°C, 保持 1min; 以 20°C/min 升温至 300°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 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

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

传输线温度	280°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
选择监测离子 (m/z)	定量 233 定性 206(34.5)、315 (9.2)
溶剂延迟	8min

7、色谱图或者加标回收率结果

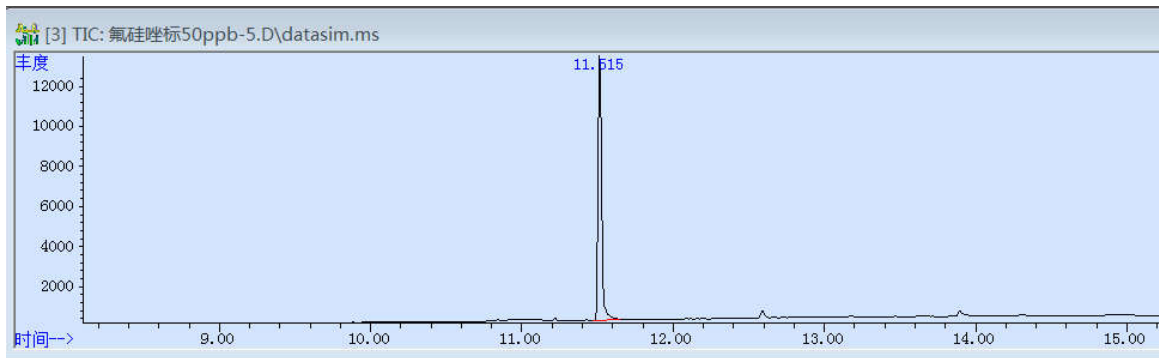


图 1 氟硅唑标准品 0.05 μ g/mL 图谱

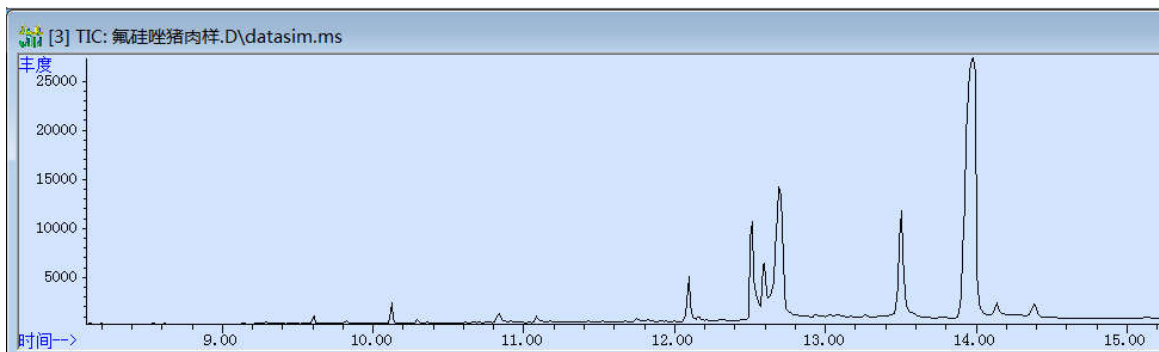


图 2 猪肉样过柱图谱

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

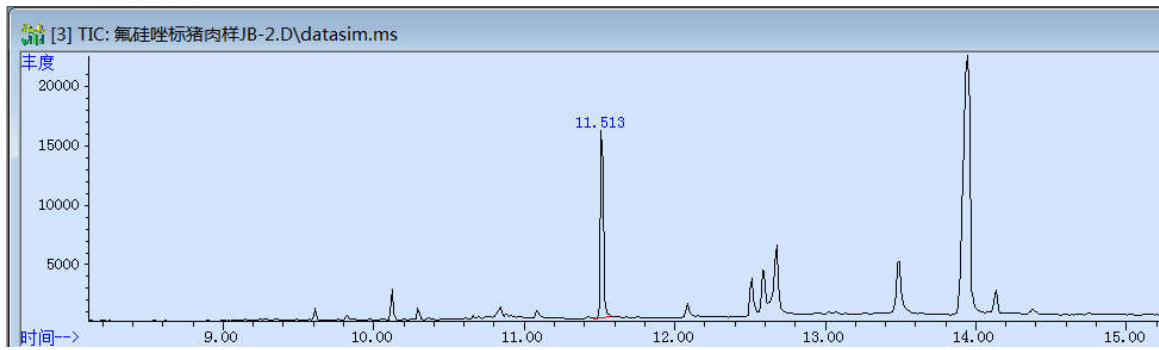


图 3 .猪肉样加标 0.05mg/kg 过柱图谱

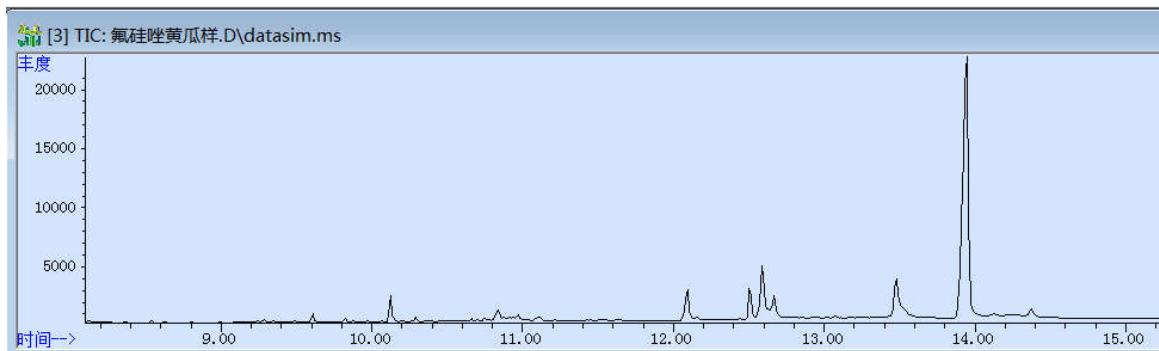


图 4 黄瓜样过柱图谱

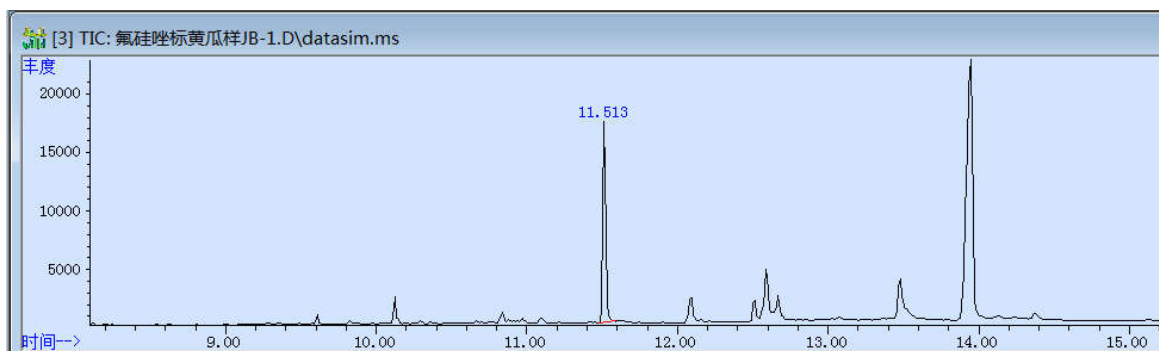


图 5 .黄瓜样加标 0.05mg/kg 过柱图谱

表 2. 回收表

基质	加标水平 mg/kg	回收率	RSD
猪肉-复合	0.05	108.17%	0.73%
黄瓜-复合	0.05	103.69%	1.49%
猪肉-串联	0.05	94.32%	5.67%
黄瓜-串联	0.05	111.46%	1.32%

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
00527-20010	SPE 小柱	Welchrom [®] Carb/NH ₂ , 500mg/500mg/6mL
00517-20006	SPE 小柱	Welchrom [®] Carb, 500mg/6mL
00509-11006	SPE 小柱	Welchrom [®] NH ₂ , 500mg/6mL
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
	氟硅唑标准品	CAS:85509-19-9

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