

食品中苜蓿醌残留量的检测 GB23200.77-2016

1、适用范围

适用于食品中苜蓿醌的测定。（本实验样品为鸡肉、大米样）

参考标准《GB 23200.77-2016 食品安全国家标准 食品中苜蓿醌残留量的检测方法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：称取苜蓿醌标准品 1mg，于 10mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 0.1mg/mL 的标准贮备液，于 4℃ 保存。
- 2) 标准工作液：准确移取标准贮备液 1mL，用乙酸乙酯稀释至 10mL，配置成 10 μ g/mL 的混合标准工作液。
- 3) 乙酸乙酯-环己烷（1-1）：量取 100mL 乙酸乙酯和 100mL 环己烷，混匀备用。

3、提取步骤

样品前处理：将样品经搅拌机搅碎，冷藏保存，备用

蔬菜、粮谷类：

称取 5g，加入 20mL 乙腈，10mL 水，3g 氯化钠，涡旋，超声提取，离心 5min(6000r/min)，移取上清液于鸡心瓶中；20mL 乙腈再提取两次，合并三次上清液，40℃ 旋蒸至近干，用乙酸乙酯-环己烷定容至 10mL，待 GPC 净化。



动物源性食品：

称取 5g，加入 20mL 乙酸乙酯-环己烷，超声提取，离心 5min(6000r/min)，再用 20mL 乙酸乙酯-环己烷重复提取 2 次，合并三次上清液，40℃旋蒸至近干，用乙酸乙酯-环己烷定容至 10mL，待 GPC 净化。

4、净化步骤

4.1、凝胶渗透色谱净化步骤：

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	17-22min



将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 17-22min 流分，将其旋转蒸发至干，再用乙酸乙酯 1mL 复溶溶解，待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样品中加入 0.04mL 10 μ g/mL 混合标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.08mg/kg，最终机度数为 0.2 μ g/mL。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS , 30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
升温程序	50 $^{\circ}$ C，保持 1min，以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 280 $^{\circ}$ C，保持 10min。
载气	高纯氦气（纯度 $>$ 99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min
进样量	1 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	250℃
四极杆温度	150℃
监测方式	349, 267, 238
溶剂延迟	21min

7、色谱图或者加标回收率结果

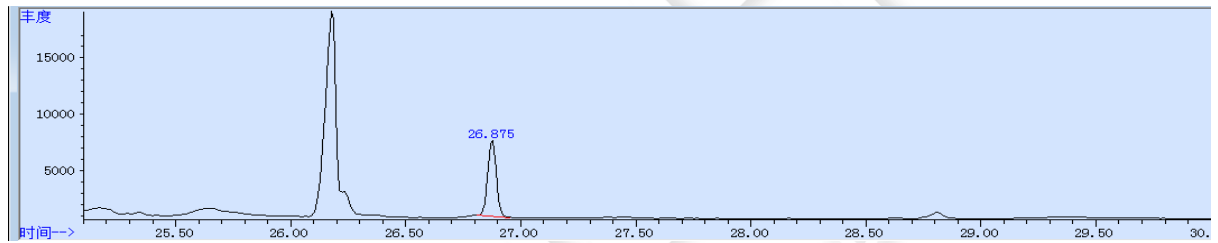


图 1. 炔草酯 0.2 μ g/mL 图谱

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
苜蓿醚	26.87	M	0.042	142095	26.808	26.972

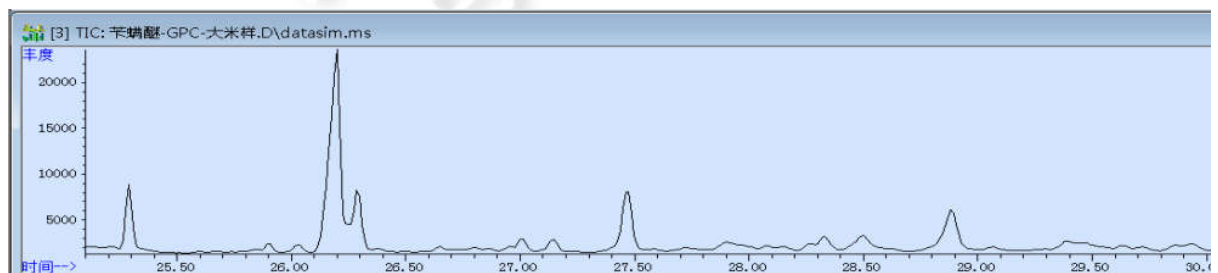


图 2. 大米样品空白图谱



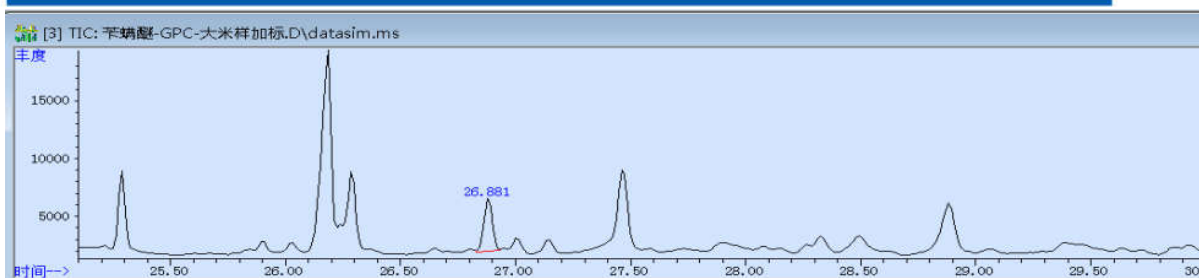


图 3. 大米样品加标 0.08mg/kg 图谱

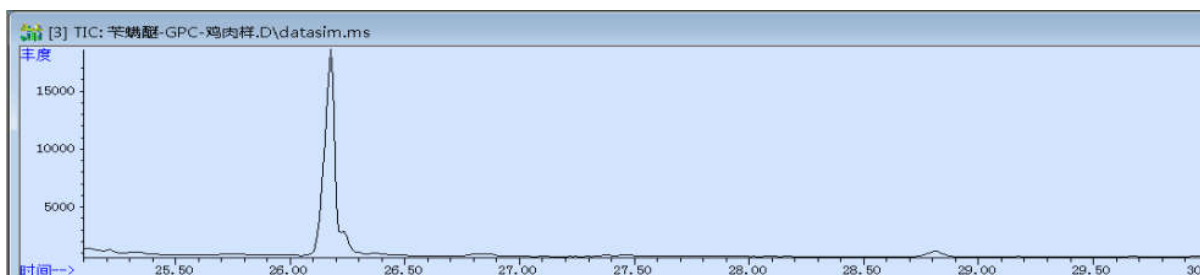


图 4. 鸡肉样品空白图谱

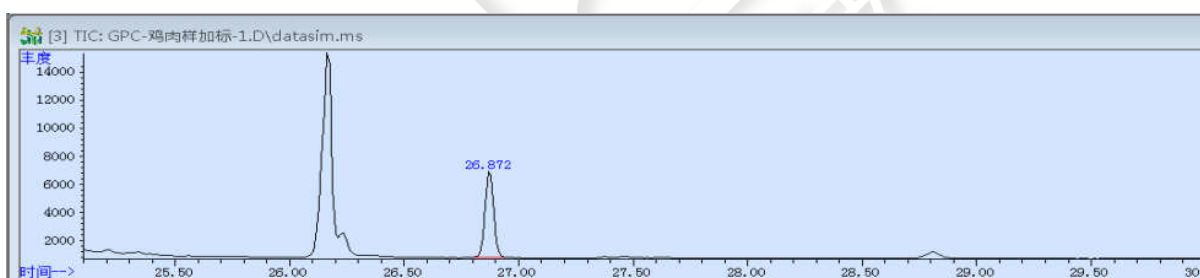


图 5. 鸡肉样品加标 0.08mg/kg 图谱

表 1. 加标回收率表

基质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
大米	0.08mg/kg	108%	1.83%
鸡肉		92%	0.39%

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
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
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
	炔草酯	CAS 号: 111872-58-3

