

## 牛奶中氯羟吡啶残留量的测定 GB 29700-2013

### 1、适用范围

适用于牛奶中氯羟吡啶的测定（本实验采用金典纯牛奶样品）

参考标准：《GB 29700-2013 食品安全国家标准 牛奶中氯羟吡啶残留量的测定 气相色谱-质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：称取 1mg（精确至 0.01mg），用甲醇溶解并定容至 10mL，浓度为 100 µg/mL。
- 2) 标准工作液：准确移取 0.1mL 标准贮备液，用甲醇溶解并定容至 10mL，浓度为 1 µg/mL。
- 3) 衍生剂：取 N,O-双三甲基硅基三氟乙酰胺 9.9 mL,加三甲基氯硅烷 0.1 mL,混匀。

### 3、实验过程

- 1)称取 2.0g 样品（精确至 0.01g），加入 10mL 乙腈，4g 氯化钠，超声 10min，离心 5min（6000r/min），移取上清液于离心管中；
- 2) 再加入 10mL 乙腈，重复提取一次，合并两次上清液，待净化

### 4、净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Alumina-B,1000mg/6mL

活化：5mL 甲醇，弃去

上样：准确移取 2.5mL 待净化液，收集于 15mL 离心管中

洗脱：10mL 甲醇，压干后，再用 5mL 甲醇洗脱

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

浓缩：50℃水浴氮吹至干，待衍生

衍生：加甲苯 100μL 溶解残余物，加衍生剂 100 μL，密封，80℃衍生反应 1 h，冷却后，加甲苯 800 μL，待检测。

## 5、注意事项

- 1) 加标水平：2g 样品中加入 200μL 1ppm 混标，定容至 1mL，因此加标水平为 0.1mg/kg，最终机度数为 25ng/mL。
- 2) 若样品中含较多的水时，可在柱上装 1g 无水硫酸钠，去除水分。
- 3) 注意衍生，若衍生不完全，及没有旋紧盖子导致液体挥发，回收率则会很低。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS, 30m×0.25mm, 0.25μm
进样口温度	220℃
升温程序	100 °C保持 1 min,以 30 °C/min 的速率升温至 200°C ,再以 5 °C/min 升温至 205 °C,保温 1 min,然后以 30°C/min 升温至 280 °C,保持 1 min。
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	无分流进样
恒流模式	0.8mL/min
进样量	1μL

### 6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
------	-------------

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

电离能量	70eV
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)
溶剂延迟	5min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

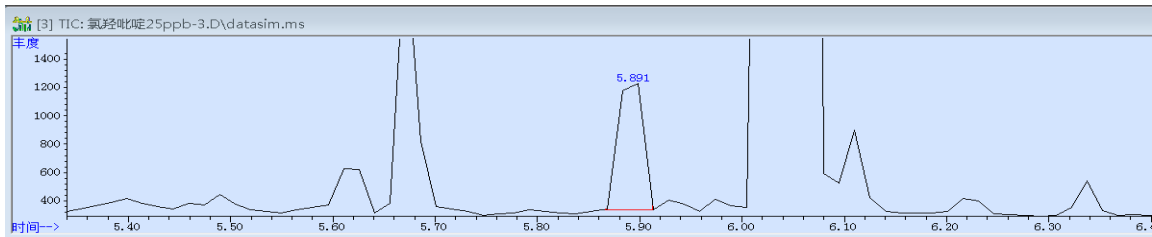


图 1.氯羟吡啶 25ng/mL 图谱

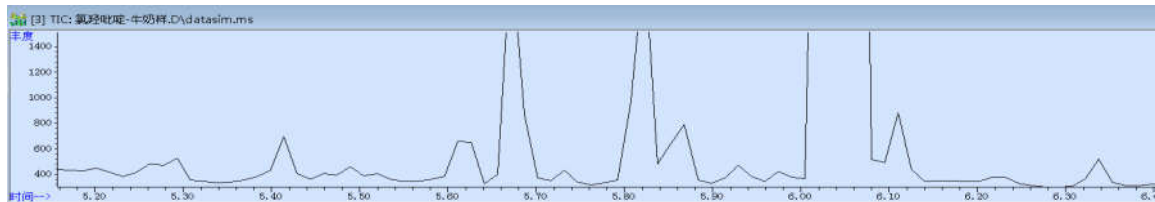


图 2.牛奶样品空白图谱

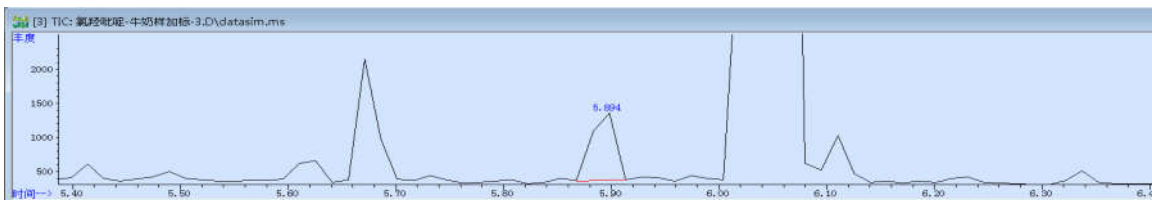


图 3. 牛奶样品加标 0.1 mg/kg 过柱图谱

表 1.加标回收率表

目标物	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=3)
氯羟吡啶	0.1mg/kg	99%	4.55%

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
00520-20007	SPE 小柱	Welchrom <sup>®</sup> Alumina-B,1000mg/6mL,30pk
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, 0.25 $\mu$ m
00826-C287P100	氯羟吡啶/克球酚/二氯二甲吡啶酚标准品	CAS No. :2971-90-6,100mg

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