

水果蔬菜中苯胺灵残留量的测定 GB23200.61-2016

1、适用范围

适用于水果蔬菜中苯胺灵残留量的测定（本实验采用番茄为样品）

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 μ 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) 乙酸乙酯-正己烷（1+1，V/V）：取 100mL 乙酸乙酯、100mL 正己烷，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-正己烷（1+1）混合溶液，涡旋混匀 2min，超声提取 20min，以 8000r/min 离心 5min，上清液转移至另一 50mL 离心管中，再加入 2*5mL 乙酸乙酯-正己烷（1+1）混合溶液提取两次合并提取液，40 $^{\circ}$ C 氮吹浓缩至 1mL 左右，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Carb 规格：250mg/3mL。

活化：3mL 乙酸乙酯-正己烷（1+1）混合溶液，弃去

上样：待净化液全部上样，收集

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

洗脱：6mL 乙酸乙酯-正己烷（1+1）混合溶液，收集于 15mL 离心管中，挤干，40°C水浴氮吹至干，用 1mL 乙酸乙酯复溶，过 0.22µm 有机滤膜后上机测定。

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样中加入 0.05mL 1µg/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 0.05 µg/mL。
- 2) 整个 SPE 净化过程流速不宜过快，保持在 1mL/min。

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	260°C
升温程序	初温 80°C；以 10°C/min 升温至 130°C，再以 0.5°C/min 升温至 136°C，40°C 升温至 280°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	2µL

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°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）

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

选择监测离子 (m/z)	定量 93 定性 120(34)、137 (42)、179 (54)
溶剂延迟	5min

7、色谱图或者加标回收率结果

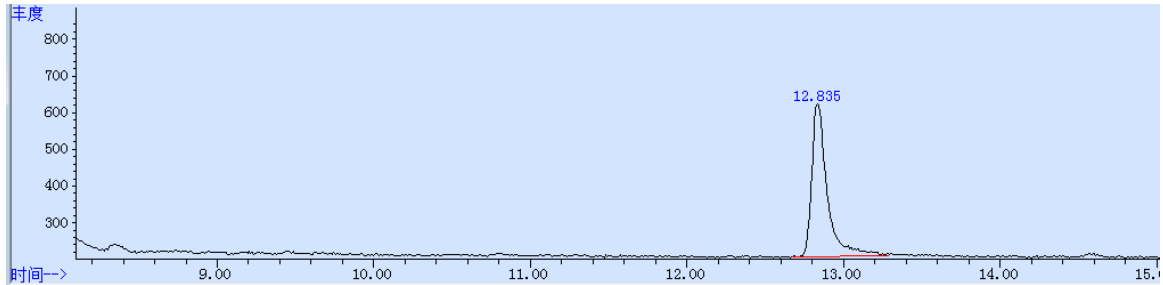


图 1 苯胺灵标准品 0.05µg/mL 图谱

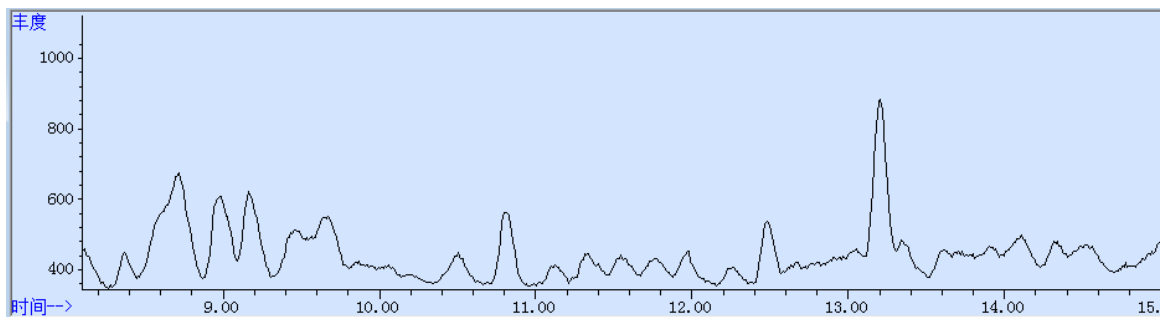


图 2 番茄样品空白图谱

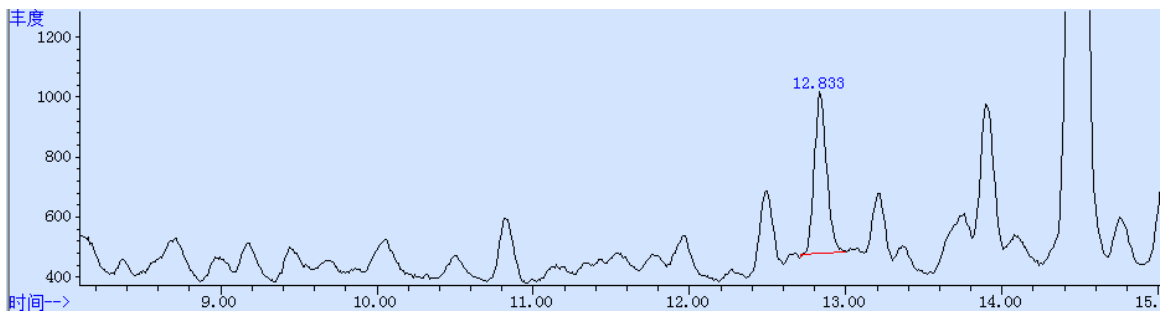


图 3 .番茄样品加标 0.01mg/kg 图谱

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	99.46	1.72

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
00517-20001	SPE 小柱	Welchrom® Carb , 250mg/3ml,50pk
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
	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