

食品中氟烯草酸的测定 GB23200.62-2016

1、适用范围

适用于食品中氟烯草酸的测定。（本实验样品苹果、猪肉、牛奶）

参考标准《GB 23200.62-2016 食品安全国家标准 食品中氟烯草酸残留量的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：精密称取氟烯草酸标准品 1mg，于 10mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 0.1mg/mL 的标准贮备液，于 4°C 避光保存。
- 2) 标准工作液：移取标准品溶液（0.1mg/mL）0.1mL，用丙酮稀释至 10mL，配置成 1 μ g/mL 的标准贮备液 2，于 4°C 避光保存。
- 3) 乙酸乙酯-环己烷（1-1）：将乙酸乙酯和环己烷等体积混合均匀，备用。
- 4) 乙腈饱和正己烷、正己烷饱和乙腈：量取等体积的乙腈与正己烷，剧烈摇晃后静置分层，下层为正己烷饱和乙腈，上层为乙腈饱和正己烷。
- 5) 氯化钠溶液（200g/L）：称取 10g 氯化钠，定容至 50mL。

3、提取步骤

苹果：

称取 10g 样品于 50mL 离心管中，加入 10g 无水硫酸钠，加入 20mL 乙酸乙酯，用均质器均质 2min（15000r/min），超声 10min，离心 5min（6000r/min），上层有机相通过无水硫酸钠柱过滤入鸡心瓶中，残渣中用 20mL 乙酸乙酯重复提取一次，离心过滤后，合并二次提取液，置于 45°C

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

水浴中旋转蒸发至近干，用乙酸乙酯-环己烷（1-1）复溶并定容至 10mL，待 GPC 净化。

猪肉：

①称取 10g 样品于 50mL 离心管中，加入 10g 氯化钠，再加入 20mL 乙腈，加入两颗均质子，涡旋，超声 10min，离心 5min（6000r/min），上层有机相通过无水硫酸钠柱过滤入分液漏斗中，残渣中用 20mL 乙腈重复提取一次，离心过滤后，合并二次提取液于分液漏斗中；

②往分液漏斗中加入 40mL 乙腈饱和正己烷，剧烈震荡，静置分层，移取下层乙腈层于鸡心瓶中；再往鸡心瓶中加入正己烷饱和乙腈 15mL 重复萃取两次，剧烈震荡，静置分层，移取下层乙腈层于鸡心瓶中，合并三次乙腈层于同一鸡心瓶中，置于 45°C 水浴中旋转蒸发至近干，用乙酸乙酯-环己烷（1-1）复溶并定容至 10mL，待 GPC 净化。

牛奶：

称取 10g 样品于 50mL 离心管中，加入 20mL 乙腈，涡旋，超声 10min，离心 5min（6000r/min），移取上清液至鸡心瓶中，置于 45°C 水浴中旋转蒸发至剩余 10mL；鸡心瓶中的溶液转入分液漏斗中，并加入 10mL 氯化钠溶液，混匀，加入 20mL 乙酸乙酯，剧烈震荡，静置分层，移取上层乙酸乙酯层于鸡心瓶中下层水相再用 20mL 乙酸乙酯萃取，弃去水相，合并乙酸乙酯层于同一鸡心瓶中，置于 45°C 水浴中旋转蒸发至近干，用乙酸乙酯-环己烷（1-1）复溶并定容至 10mL，待 GPC 净化。

4、净化步骤

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

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

进样量	5.0mL
收集时间	18-22min



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 18-22min 流分,将其旋转蒸发至干,加入 1mL 丙酮溶解残渣,待上机检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平: 10g 样品中加入 0.2mL 1 μ g/mL 标准工作液,定容至 1mL,因此加标水平为 0.02mg/kg,最终机度数为 0.1 μ g/mL。
- 2) 样品经无水硫酸钠柱后,再用 3mL 相对应的溶液润洗一次,并压干;分液漏斗萃取完后,用相应的溶液润洗并合并至一起。
- 3) 若没有均质器,也可采用均质子进行均质。

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

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	280℃
升温程序	初始温度为 200℃，保持 1min；以 10℃/min 升温至 280℃，保持 12min。
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	1μL

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℃
离子源温度	250℃
四极杆温度	150℃
监测方式	选择离子扫描（SIM）:423、308、318、280
溶剂延迟	14min

7、色谱图或者加标回收率结果

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

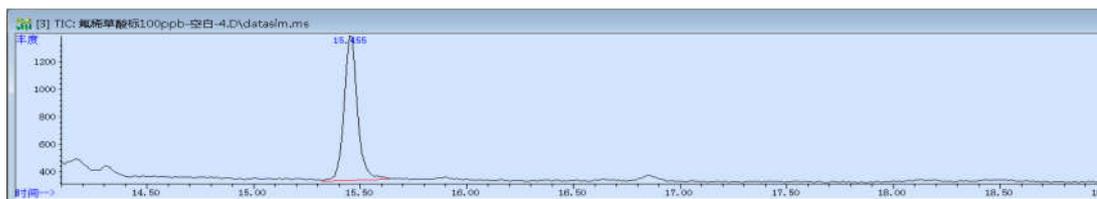


图 1. 氟烯草酸 0.1µg/mL 图谱

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
氟烯草酸	15.453	M	0.071	46998	15.346	15.623

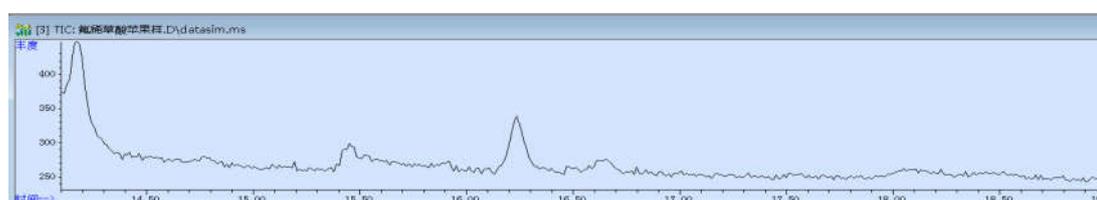


图 2. 苹果样品空白图谱

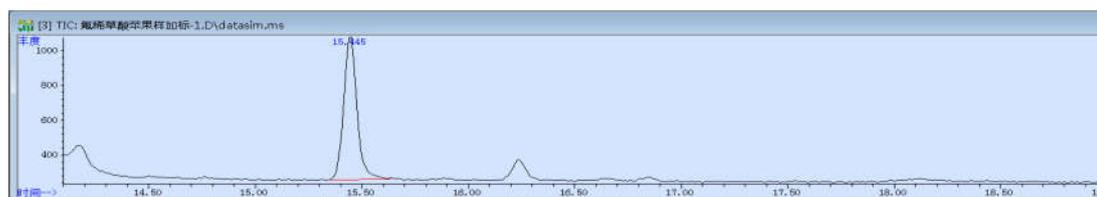


图 3. 苹果样品加标 0.02mg/kg 图谱

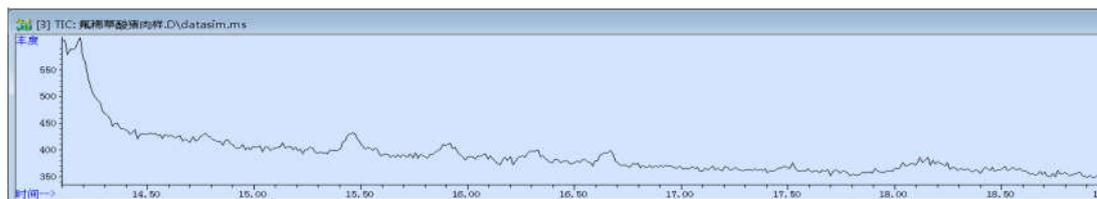


图 4. 猪肉样品空白图谱

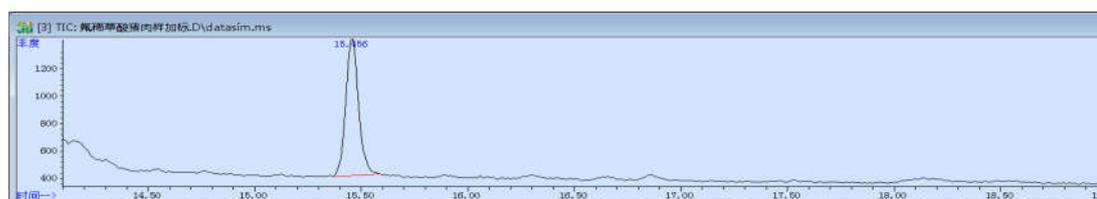


图 5. 猪肉样品加标 0.02mg/kg 图谱

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

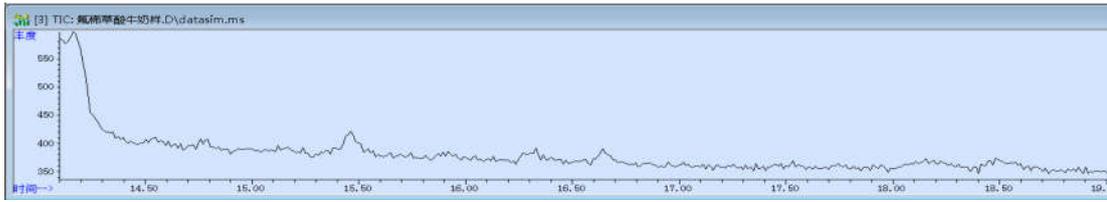


图 6.牛奶样品空白图谱

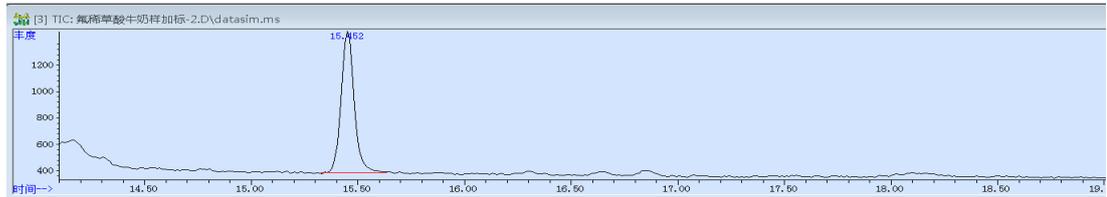


图 7.牛奶样品加标 0.02mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	基质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=3)
氟烯草酸	苹果	0.02mg/kg	105%	5.77%
	猪肉		92%	2.52%
	牛奶		92%	4.07%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱, 规格 25×400mm
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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25μm
	氟烯草酸标准品	CAS 号: 87546-18-7

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