

食品中碇酰菌胺的测定 GB 23200.68-2016

1、适用范围

适用于食品中碇酰菌胺的检测。（本实验样品采用大米、黄瓜、鳕鱼、蜂蜜、茶叶）

参考标准《GB 23200.68-2016 食品安全国家标准 食品中碇酰菌胺残留量的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 碇酰菌胺储备液：精确称量 10mg 碇酰菌胺标品，用丙酮溶解并定容至 10mL，即 1mg/mL 储备液。
- 2) 碇酰菌胺标准工作液：精确移取 0.1mL 碇酰菌胺储备液，用丙酮溶解并定容至 10mL，即 0.01mg/mL 储备液。
- 3) 正己烷饱和乙腈：取 100mL 正己烷和 100mL 乙腈置于分液漏斗中，振荡摇匀，静置 2h，取下层待用。
- 4) 乙腈饱和正己烷：取 100mL 正己烷和 100mL 乙腈置于分液漏斗中，振荡摇匀，静置 2h，取上层待用。
- 5) 丙酮-正己烷（3+7）：取 30mL 丙酮与 70mL 正己烷互溶。

3、提取步骤

精确称取样品（大米、黄瓜、鳕鱼、蜂蜜 5g；茶叶 1g）置于 50mL 的螺口尖底离心管

- 1) 加入 5mL 水，加入 20mL 正己烷饱和乙腈，均质器提取 3min（蜂蜜只需加水 5mL 和正己烷饱和乙腈 20mL 剧烈振荡 3min），再加入 2.5g 氯化钠，振荡混匀，超声 10min，3000rpm 下离心 10min，移取上清液（黄瓜上清液 10mL，其它上清液 5mL）至 50mL 比色管中；

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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

2) 上清液中加入 10mL 乙腈饱和正己烷, 振荡 1min, 静置 5min, 弃去上层正己烷层, 再次向下层加入 10mL 乙腈饱和正己烷, 振荡 1min, 静置 5min, 弃去上层正己烷层, 将下层乙腈相置于旋转蒸发瓶中, 40° 旋蒸至 1mL 待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱: 月旭 Welchrom®PSA, 规格: 500mg/3mL。

活化: 丙酮-正己烷 (3+7) 活化, 弃去;

上样: 待净化液全部上样, 控制流速, 不宜过快, 收集于旋转蒸发瓶中;

洗脱: 精确移取 10mL 丙酮-正己烷 (3+7) 洗脱, 抽干并收集于旋转蒸发瓶中;

复溶: 将收集液体于 40°C 水浴旋蒸至干, 用丙酮-正己烷 (3+7) 定容至 1mL, 经 0.22µm 有机滤头, 供气相检测。

5、注意事项

加标水平: 在 5g 样 (大米、鳕鱼和蜂蜜) 中加入 160µL 0.01mg/mL 的碲酰菌胺标准工作液, 定容至 1mL, 加标水平 0.32mg/kg, 机读数 0.4mg/L;

在 5g 样 (黄瓜) 中加入 80µL 0.01mg/mL 的碲酰菌胺标准工作液, 定容至 1mL, 加标水平 0.16mg/kg, 机读数 0.4mg/L;

在 1g 样 (茶叶) 中加入 160µL 0.01mg/mL 的碲酰菌胺标准工作液, 定容至 1mL, 加标水平 1.6mg/kg, 机读数 0.4mg/L。

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	250 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 70 $^{\circ}$ C, 保持 2min; 以 25 $^{\circ}$ C/min 升温至 150 $^{\circ}$ C, 保持 2min; 再以 15 $^{\circ}$ C/min 升温至 200 $^{\circ}$ C, 最后以 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	1mL/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	230 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子扫描 (SIM) 1
选择监测离子 (m/z)	定量 140 定性 112、167、42
溶剂延迟	4.0min

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

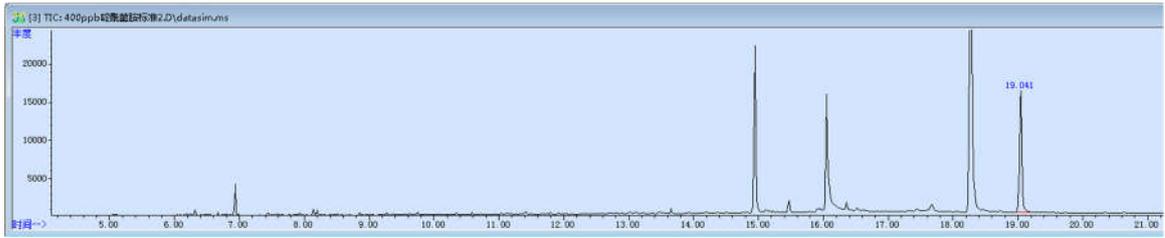


图 1. 四环素胺 0.4mg/L 标准图谱

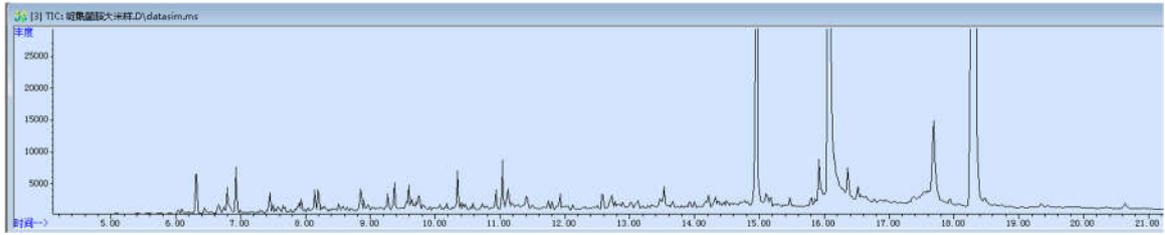


图 2. 大米空白图谱

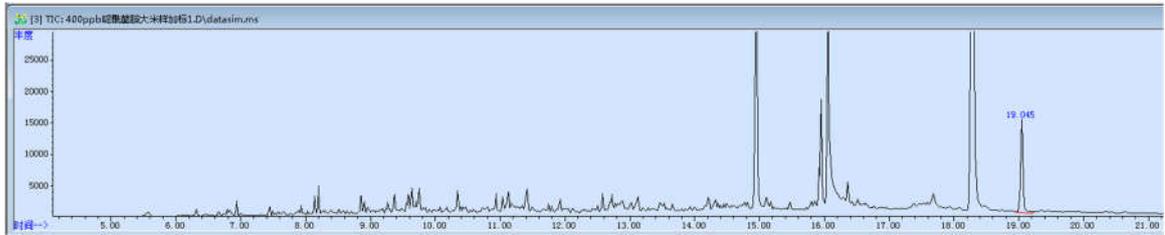


图 3. 大米样加标 0.32mg/kg 图谱

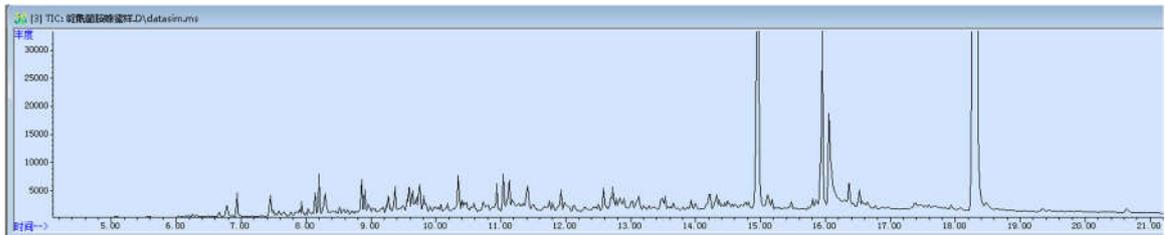


图 4. 蜂蜜空白图谱

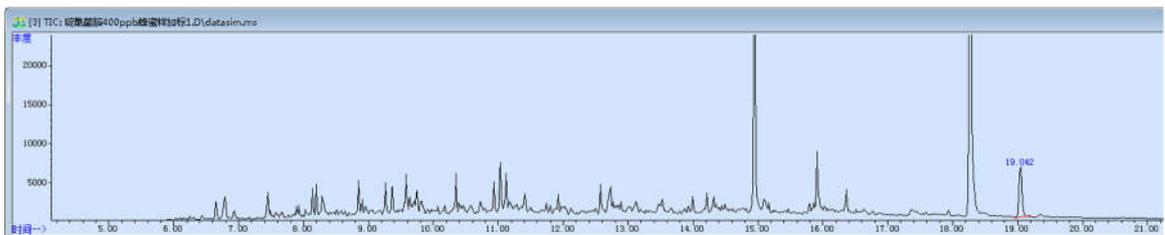


图 5. 蜂蜜样加标 0.32mg/kg 图谱

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

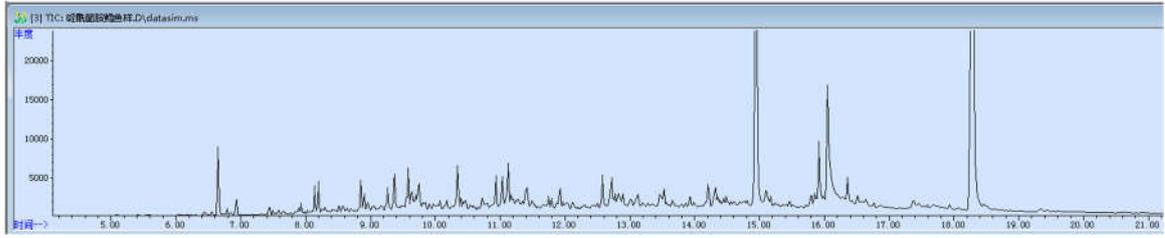


图 6. 鳕鱼空白图谱

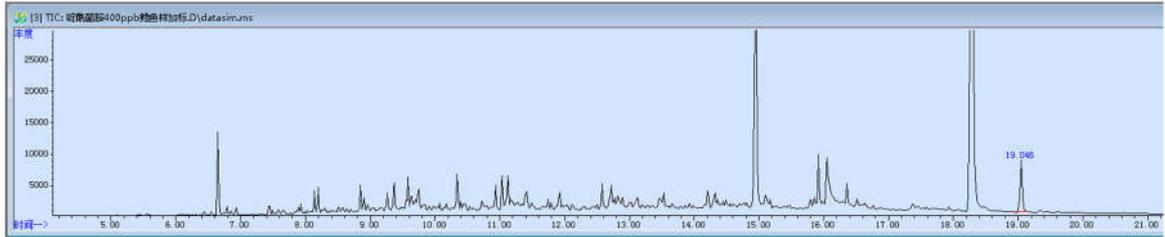


图 7. 鳕鱼样加标 0.32mg/kg 图谱

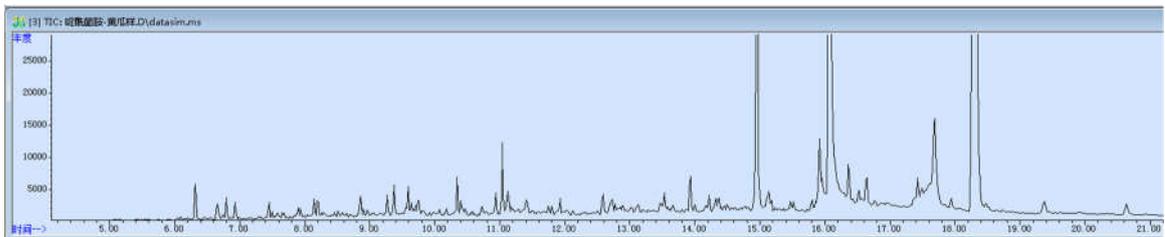


图 8. 黄瓜空白图谱

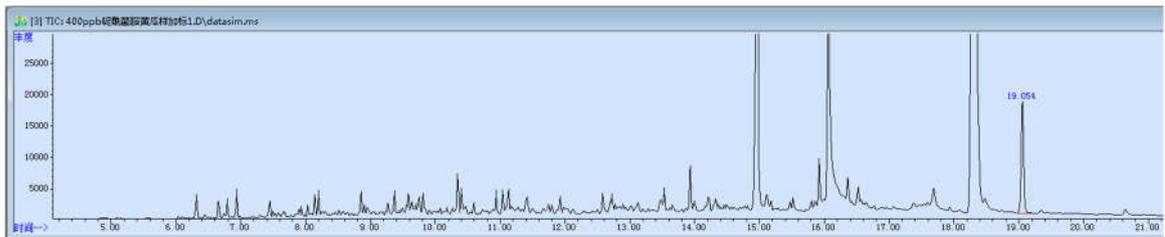


图 9. 黄瓜样加标 0.16mg/kg 图谱

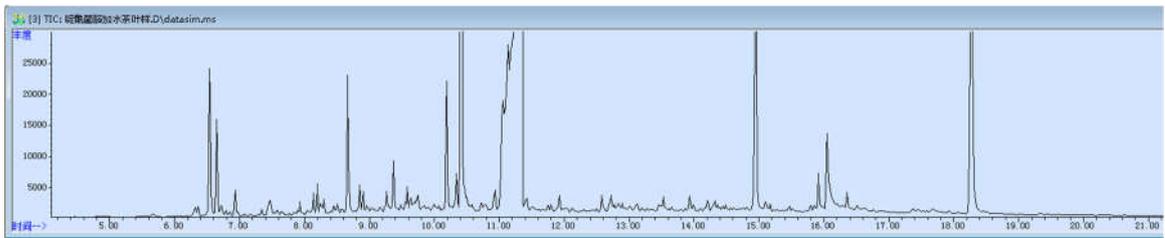


图 10. 茶叶空白图谱

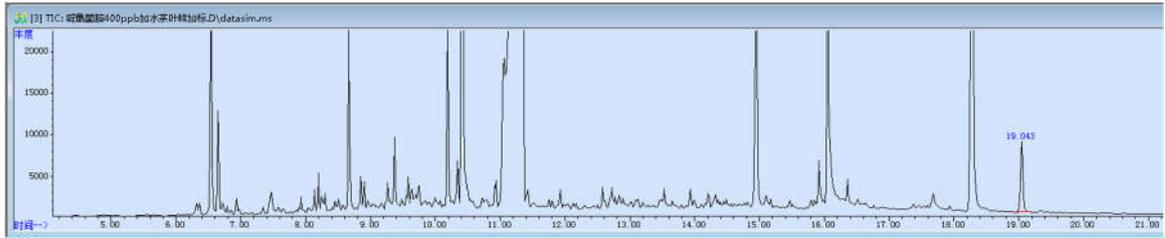


图 11.茶叶样加标 1.6mg/kg 图谱

表 1.加标回收表

基质	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% n=2
大米	0.32	95.09%	1.06%
黄瓜	0.16	101.40%	5.67%
蜂蜜	0.32	96.00%	5.42%
茶叶	1.60	92.79%	3.06%
鳕鱼	0.32	105.91%	2.06%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
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
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
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
	砷酰菌胺	CAS: 188425-85-6
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
00508-11005	SPE 小柱	Welchrom®PSA , 500mg/3ml,30pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25μm

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com