植物源性食品中喹啉铜残留量的测定 GB-23200.117-2019

1、适用范围

适用于植物源性食品中喹啉铜的测定（本实验采用大米和紫甘蓝为样品）

参考标准：《GB-23200.117-2019 食品安全国家标准 植物源性食品中喹啉铜残留量的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配置

1）标准贮备液：准确称取喹啉铜标准品 2.5mg，用甲醇溶解并定容至 25mL，该浓度为 100μg/mL；

2）标准工作液：准确移取 1mL 标准贮备液，用甲醇稀释并定容至 10mL，该浓度为 10μg/mL，现配现用

3）草酸水溶液（10g/L）：移取 10g 草酸，用水溶解并定容至 1000mL。

4）氢氧化钠（1.0mol/l）：称取 4g 氢氧化钠，用水溶解并定容至 100mL。

5）淋洗液：10%甲醇水：量取 10mL 水，90mL 水，混匀。

6）洗脱液：草酸甲醇溶液：移取 1g 草酸，用甲醇溶解并定容至 100mL。混匀。

7）流动相：称取 1.26g 草酸，用水溶解并定容至 1L。

3、提取步骤

蔬菜类：称取 1g 样品于 50mL 离心管中，加入 10mL 草酸水溶液（10g/L），涡旋，振荡后，离心 3min（6000r/min），移取上清液于 50mL 离心管中；往残渣中再加入 10mL 草酸水溶液（10g/L），

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**

再重复提取两次，合并两次上清液，用草酸水溶液（10g/L）定容至 25mL 后；准确移取 5mL 上清液，用氢氧化钠调节 pH 值至 3，待净化。

谷物类：称取 0.5g 样品于 50mL 离心管中，加入 10mL 草酸水溶液（10g/L），涡旋，振荡后，离心 3min（6000r/min），移取上清液于 50mL 离心管中；往残渣中再加入 10mL 草酸水溶液（10g/L），再重复提取两次，合并两次上清液；准确移取 5mL 上清液，用氢氧化钠调节 pH 值至 3，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP　规格：200mg/6mL。

活化：5 mL 甲醇，5mL 水，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：5mL10%甲醇水淋洗，弃去并抽干。

洗脱：用 5mL 洗脱液洗脱，收集于 15mL 离心管中，抽干。

浓缩：在 50℃水浴下氮气吹至近干，用草酸水溶液（10g/L）复溶，定容至 1mL，过 0.22μm 有机滤头，待检测。

5、注意事项

1) 加标水平：1g 紫甘蓝样中加入 0.125mL 10μg/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 1.25mg/kg ，机读数为 0 .5μg/mL。0.5g 大米样中加入 0.100mL 10μg/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 2mg/kg ，机读数为 0 .5μg/mL。

2) 调节 pH，注意不要高于 3.5 及以上，会影响回收。若调完 pH 后，溶液若不澄清，可再次离心一次。

3) 做了茶叶样品，但茶叶基质存在干扰，会影响回收

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**

4) 实验避免接触玻璃制品

5) XB-C18 柱不合适，调整有机相比例后，目标物仍出现在斜坡上，后改用为 AQ-C18，调整有机相比例后使目标物不要过早出峰，最终确定有机相为 15%。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® AQ-C18 4.6*250mm,5μm

流动相：甲醇：草酸水（2:7）梯度如下表 1

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：252nm

表 1：梯度表

时间	甲醇（%）	草酸水（%）
0.00	15	85
10.00	15	85
11.00	90	10
15.00	90	10
16.00	15	85
30.00	15	85

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**

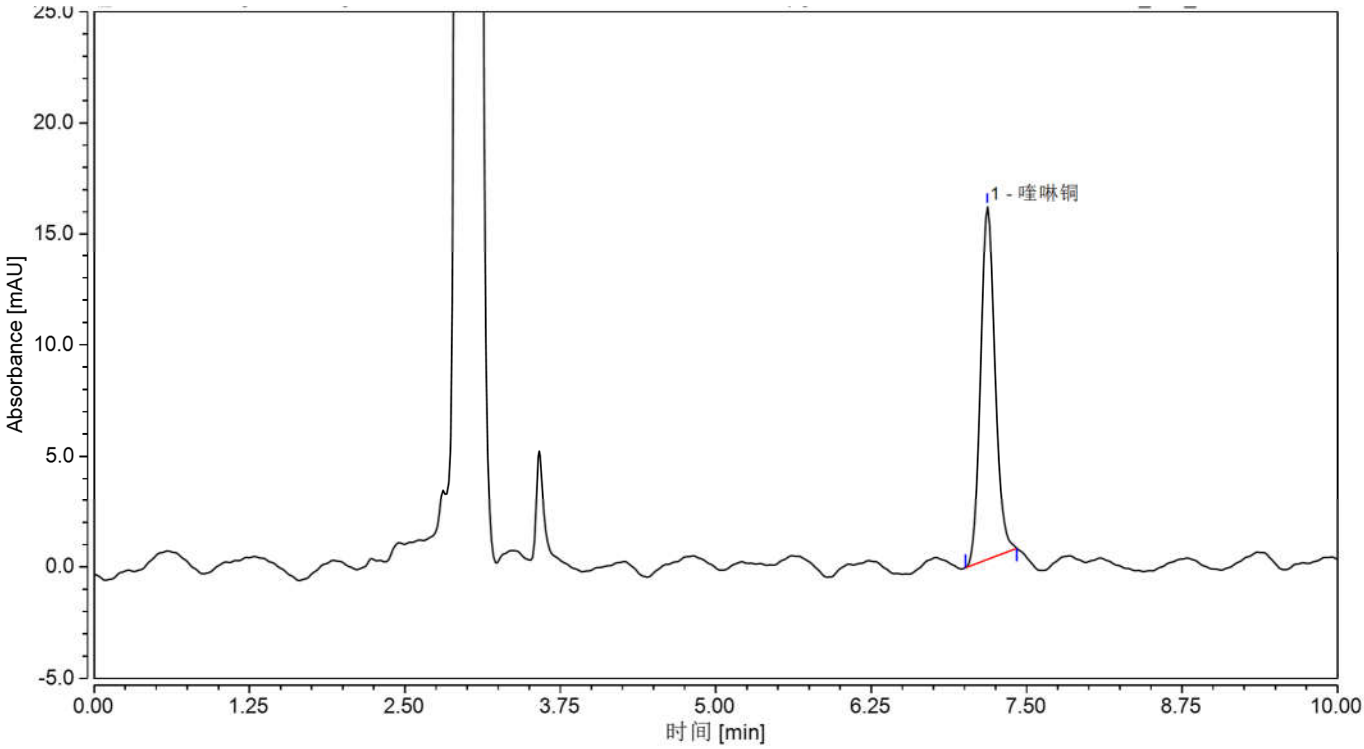

图 1 喹啉铜标准品 0.5μg/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	不对称度	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)	(EP)
喹啉铜	7.252	1.986	15.521	100.00	1.17	n.a.	21028

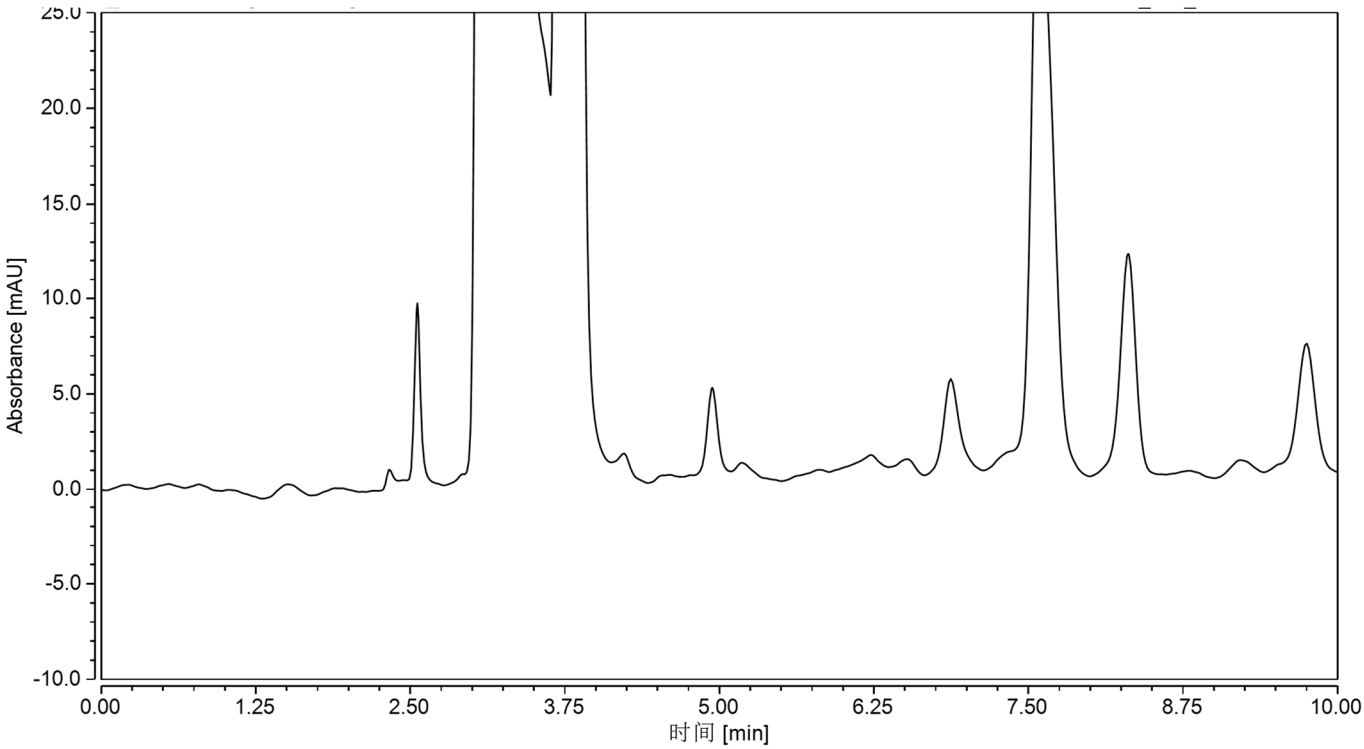

图 2.紫甘蓝样过柱图谱

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**

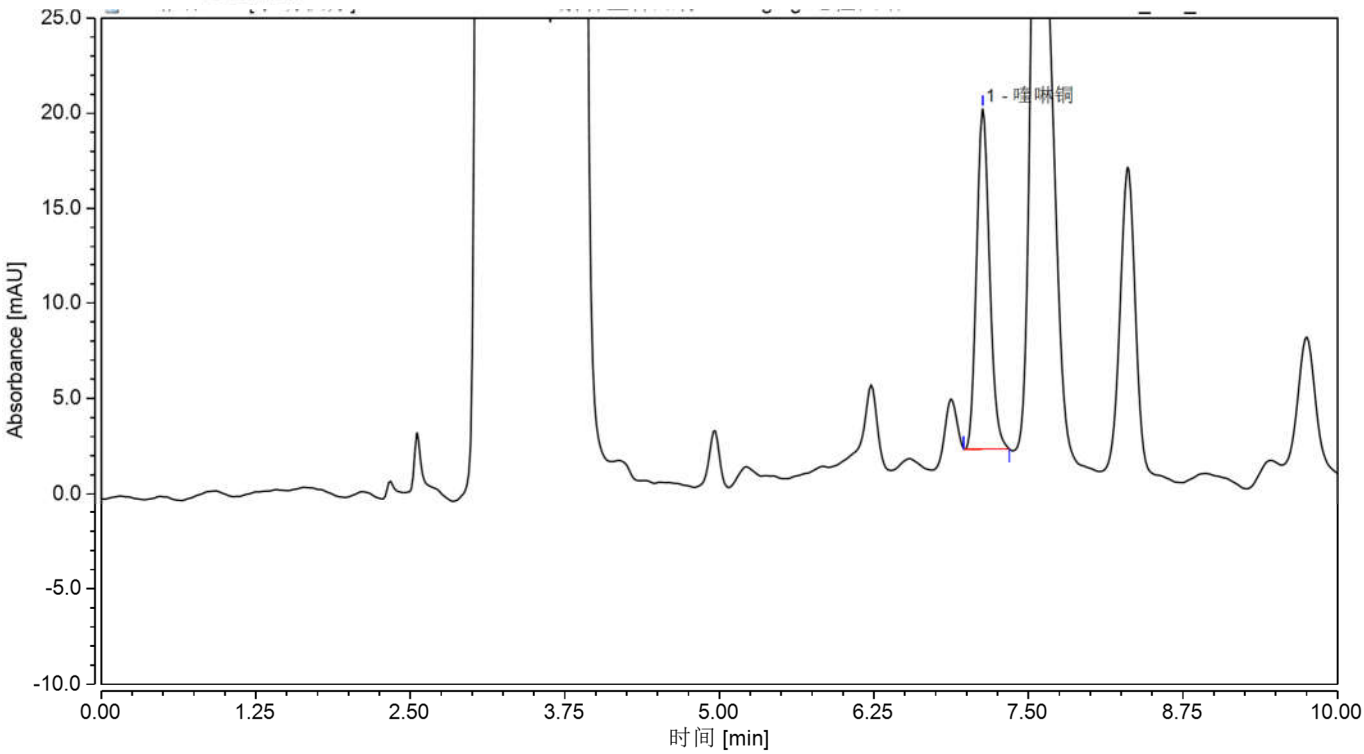

图 3 .紫甘蓝样加标 1.25mg/kg 过柱图谱

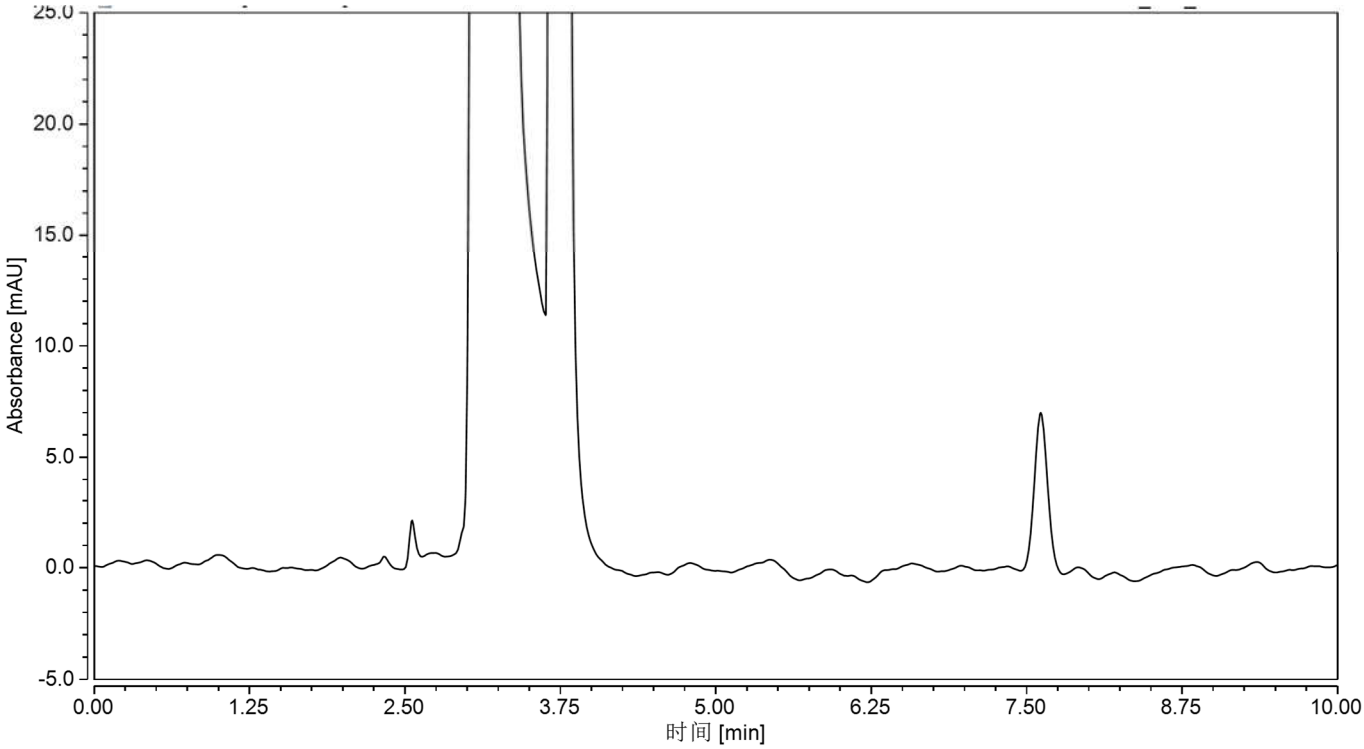

图 4.大米样过柱图谱

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**

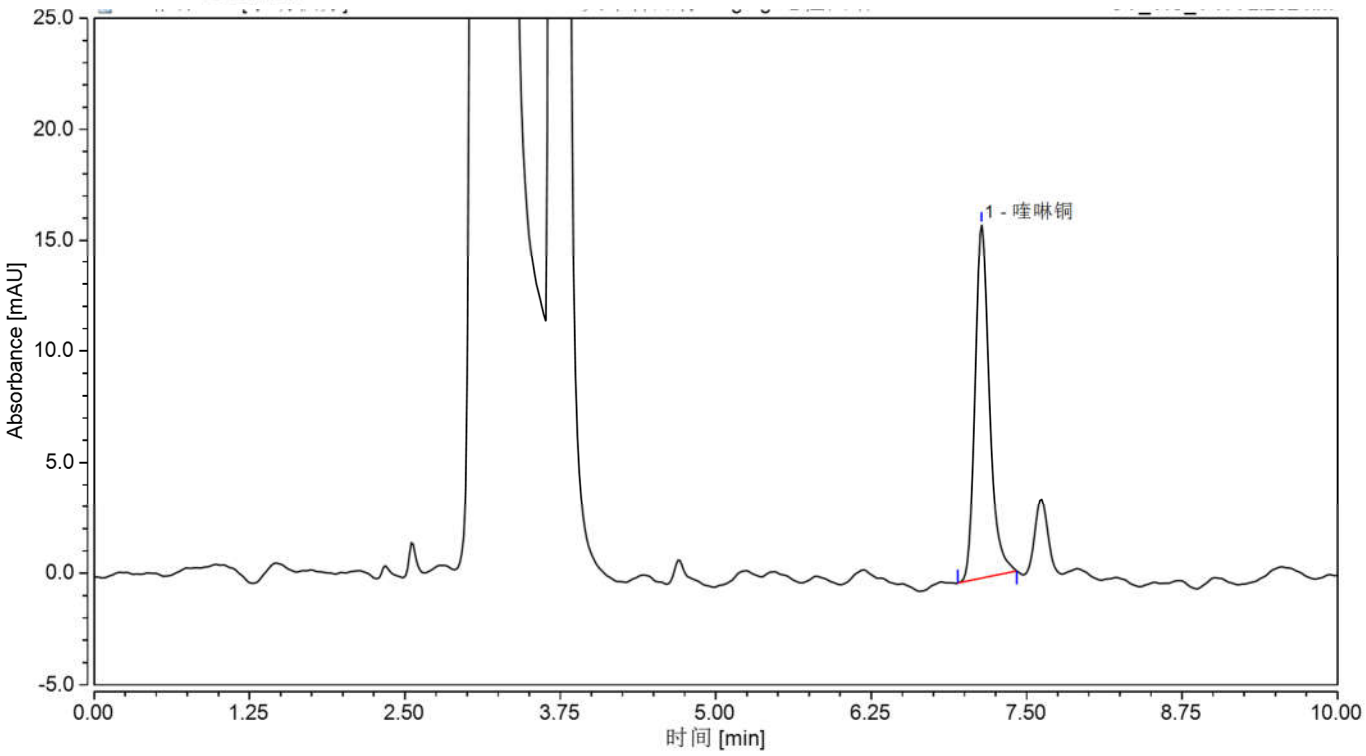

图 5 大米样加标 2mg/kg 过柱图谱

表 2. 回收表

基质	加标水平 mg/kg	平均回收率	RSD 值
紫甘蓝	1.25	125%	0.20%
大米	2	124%	3.63%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20014	SPE 小柱	Welchrom®BRP ， 200mg/6mL,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,

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**

		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
00207-31043	液相色谱柱	Ultimate®AQ- C18 ，4.6×250mm,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	喹啉铜	CAS 号：10380-28-6

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**