

肉品中甲氧滴滴涕残留量的测定 GB23200.84-2016

1、适用范围

适用鸡肉、鸭肉、猪肉中甲氧滴滴涕残留量的测定（本实验采用猪肉为样品）

参考标准：《GB23200.84-2016 食品安全国家标准 肉品中甲氧滴滴涕残留量的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准使用液：准确称取适量的甲氧滴滴涕标准物，用正己烷配成浓度为 100ug/mL 的标准储备液。标准储备液在 0-4℃冰箱中保存。
- 2) 乙酸乙酯-环己烷（1+1，V/V）：取 200mL 乙酸乙酯、200mL 环己烷，混匀。

3、提取步骤

称取 5g 样品（本实验选用猪肉为样品，样品预先粉碎、混合均匀）与 50ml 具塞离心管中，加入 10g 无水硫酸钠，加入乙酸乙酯-环己烷（1：1，体积比）20ml 涡旋，超声提取 20min，6000r/min 离心 5min，提取上清液，残渣再加入 10ml 乙酸乙酯-环己烷（1：1，体积比），按上述步骤复提一次，合并提取液于 40℃旋蒸至近干。用环己烷-乙酸乙酯(1+1,体积比)溶解残渣定容至 10.0 mL，供凝胶色谱净化。

4、净化步骤

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

凝胶渗透色谱条件如下：

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
进样量	5.0mL
收集时间	21-28min
波长	254nm



将 5mL 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 21-28min

流分于 50mL 浓缩瓶中，40℃水浴减压浓缩近干，加入丙酮溶解残渣定容至 1mL，留待 GC-MS 分
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

析。

5、注意事项

1) 加标水平: 5g 样中加入 0.1mL 1mg/L 的标准品使用液, 最后定容至 1mL, 该加标水平 0.02mg/kg , 机读数为 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25 μm
进样口温度	260 $^{\circ}\text{C}$
升温程序	初温 80 $^{\circ}\text{C}$; 保持 1min, 以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 180 $^{\circ}\text{C}$, 保持 3min, 以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 230 $^{\circ}\text{C}$, 保持 7min, 以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 2900 $^{\circ}\text{C}$, 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 μL

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 $^{\circ}\text{C}$
离子源温度	230 $^{\circ}\text{C}$
四极杆温度	150 $^{\circ}\text{C}$
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
选择监测离子 (m/z)	定量 227 定性 344、274
溶剂延迟	8min

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

7、色谱图或者加标回收率结果

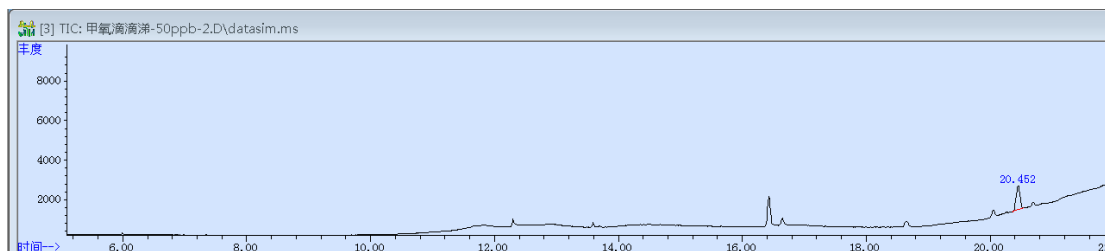


图 1 甲氧滴滴涕标准品 0.05µg/mL 图谱

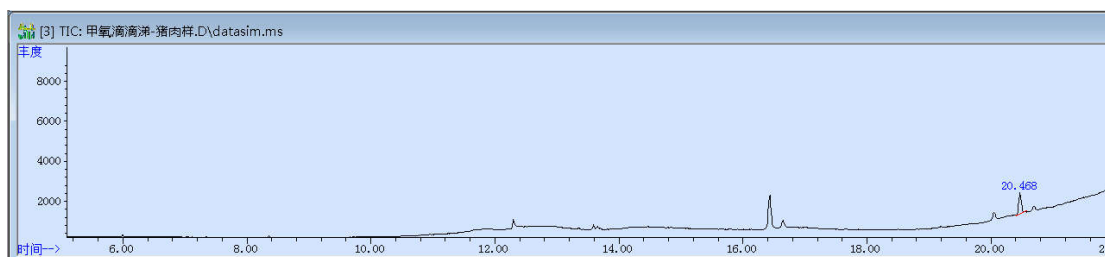


图 2 猪肉样品空白图谱

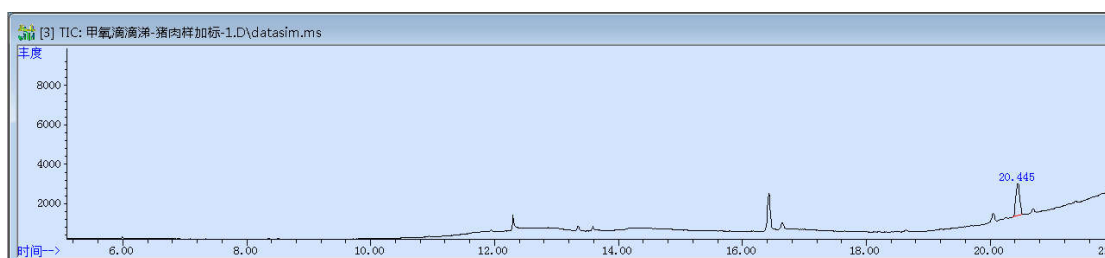


图 3 .猪肉样品加标 0.02mg/kg 图谱

表 2. 回收率表

样品	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD%
猪肉	0.02	83%	0.70%

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
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads SX3 400*25mm
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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25 μ m
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22 μ m,100pk
	甲氧滴滴涕标准品	CAS:72-43-5

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