

肉及肉制品中 2,4-滴丁酯的测定

1、适用范围

适用于肉及肉制品中 2,4-滴丁酯的测定（该实验选用基质为猪肉）。

参考标准：《SN/T 0590-2013 出口肉及肉制品中 2,4-滴丁酯残留量测定 气相色谱法和气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：准确称取 1mg 2,4-滴丁酯标准品，用丙酮稀释并定容至 10mL，浓度为 100 μ g/mL。
- 2) 标准工作液：准确移取标准储备液 0.1mL，用正己烷稀释并定容至 10mL，浓度为 1 μ g/mL。
- 3) 正己烷-丙酮（1:1）：量取 100mL 正己烷和 100mL 丙酮，混匀。
- 4) 正己烷饱和的乙腈溶液：100mL 乙腈中加入 50mL 正己烷，充分振荡后，静置分层，去除上层正己烷层备用。

3、提取步骤

样品制备：猪肉经搅碎机搅碎后，置于干净离心管中，冷冻保存，需要时再进行解冻。

称取 5.0g 样品（精确至 0.01g），加入 20mL 正己烷饱和的乙腈，5g 氯化钠，超声 10min，离心 5min（5000r/min），移取上清液于鸡心瓶；再往残渣中加入 20mL 正己烷饱和的乙腈，重复提取一次，移取上清液于鸡心瓶；最后再往残渣



中加入 10mL 正己烷饱和的乙腈，重复提取一次，合并三次上清液于 40°C 的水浴旋蒸，旋蒸至剩余 1-2mL 左右，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Florisil PR 规格：5g/30mL。

上样：待净化液全部上样，收集；

洗脱：量取 100mL 乙腈于鸡心瓶中，润洗并上样；

浓缩：40°C 旋蒸至干后加入 1mL 正己烷-丙酮（1:1），上机。

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样品中加入 0.05mL 1 μ g/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 10 μ g/kg，最终机度数为 0.05 μ g/mL。
- 2) 本实验标准品溶液用过柱后的空白溶液进行配置。

6、色谱条件

色谱柱	WM-1701, 30.0m×0.32mm×0.25 μ m
进样口温度	260°C
检测器（ECD）温度	280°C
载气	N ₂
进样方式	不分流进样
载气流量	1.5 mL/min
进样量	1 μ L
升温程序	110°C, 15°C/min 上升至 185°C, 5°C/min 升至 220°C,



30°C/min 升至 260°C (2min) ;

7、色谱图或者加标回收率结果

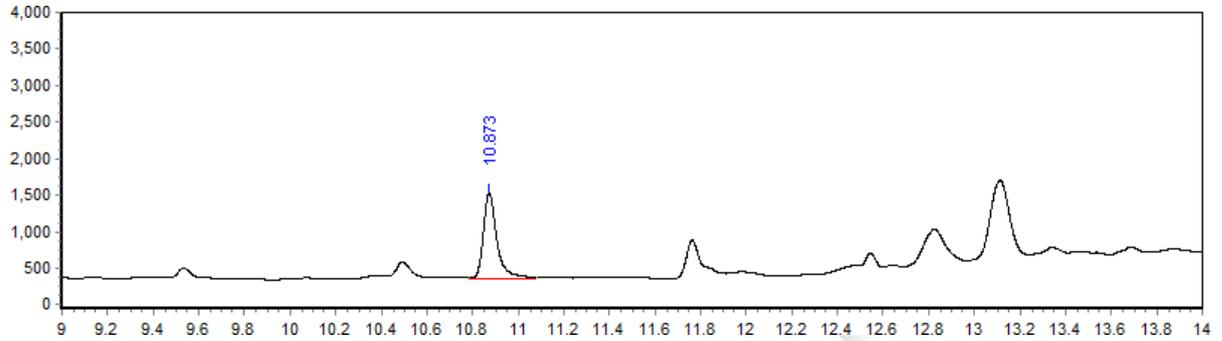


图 1. 2,4-滴丁酯标准品 50µg/L 图谱

表 1、出峰情况

峰名称	保留时间 min	峰高 Hz	峰面积 Hz*s	相对峰面 积%	分离度	塔板数 (EP)
2,4-滴丁酯	10.873	1173.87	4803.44	100	3.575	199998

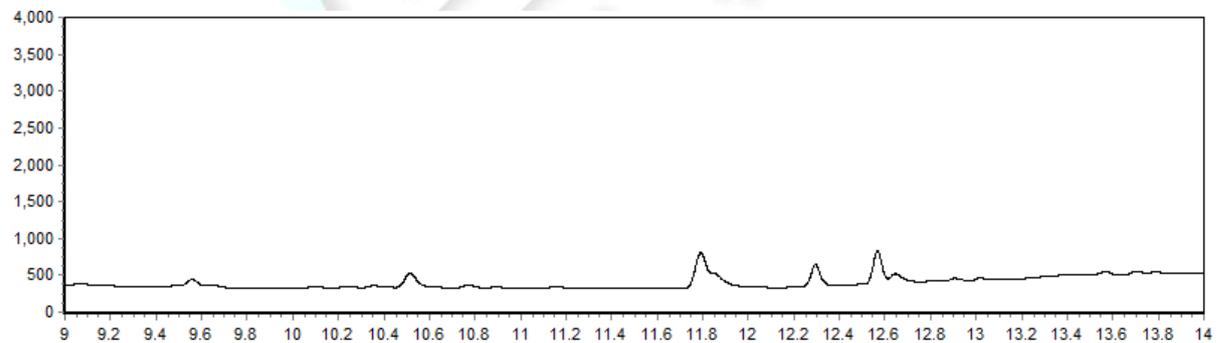
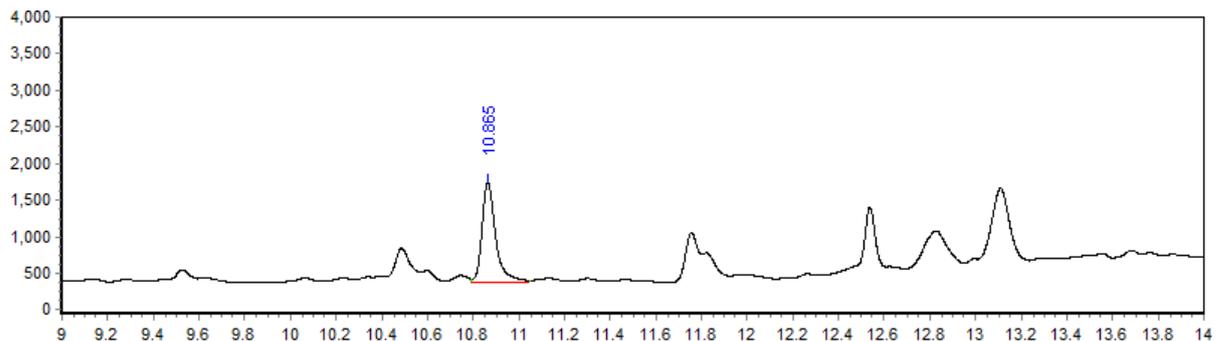


图 2. 猪肉样品空白图谱



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com



图 3. 猪肉样品加标 10 μ g/kg 图谱

表 2、加标回收率表

基质	加标水平 μ g/kg	平均回收率%	RSD %
猪肉	10	116.15%	1.58%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20035	SPE 小柱	Welchrom [®] Florisil PR,5g/30mL,10pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	Welchrom [®] 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	固相萃取装置	Welch 固相萃取装置, 12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom [®] 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	Welchrom [®] 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
03907-32001	气相色谱柱	WM-1701, 30.0m \times 0.32mm \times 0.25 μ m
00826-D310P100	2,4-滴丁酯/2,4-D-1-丁酯标准品	A2S, CAS No.:94-80-4,100mg

