

谷物中乙草胺的测定

1、适用范围

适用于谷物中乙草胺的测定。

（本实验选用样品为小麦）

参考标准：《GB 23200.57-2016 食品安全国家标准食品中乙草胺残留量的检测方法》

2、溶液的配制

标准储备液：准确称取 10mg 乙草胺标准品，用丙酮溶解并定容至 10mL，浓度为 1.0mg/mL。

标准中间液：准确量取 0.1mL 标准储备液，用丙酮定容至 5mL，浓度为 20mg/L。

标准工作液：准确量取 1mL 标准中间液，用丙酮定容至 10mL，浓度为 2mg/L。

3、提取步骤

称取 10g 样品（样品预先粉碎、混合均匀）于 50mL 具塞离心管中，加入 30mL 石油醚（60℃-90℃），涡旋混匀 5min，40℃超声 30min（超声过程中可不时取出摇晃）。8000r/min 离心 5min，移取 15mL 上清液于 50mL 鸡心瓶中，30℃浓缩至 1ml 左右，加入 2mL 乙酸乙酯-正己烷（1：1）溶液，再浓缩至 1mL 左右，如此重复三次，直到溶剂完全转化为乙酸乙酯-正己烷（1：1）。将残液取出，用乙酸乙酯-正己烷（1：1）定容至 5mL。待净化。

4、净化步骤

凝胶渗透色谱条件如下：

GPC 仪器型号	月旭 Sail1000-ZBXY2050 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

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

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	17-23min
波长	254nm



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 17-23min 流分，将其旋转蒸发至 5mL 左右，用氮气吹除溶剂，丙酮定容至 1mL。经 0.22 μ m 滤头过滤后，留待 GC 分析。

5、注意事项

- 1) GPC 柱启用前以 1mL/min 冲洗 1-2h 后使用效果更佳。
- 2) 加标水平：10g 样中，添加 0.1mL 2mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.02mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 0.1mg/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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	SR-5ms, 30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	250℃
检测器（ECD）温度	325℃
载气	N ₂
进样方式	无分流进样
载气流量	1.8mL/min
进样量	1μL
升温程序	60℃初温，保持 1min；15℃/min 升到 260℃，保持 5min； 15℃/min 升到 300℃，保持 15min；

7、色谱图或者加标回收率结果

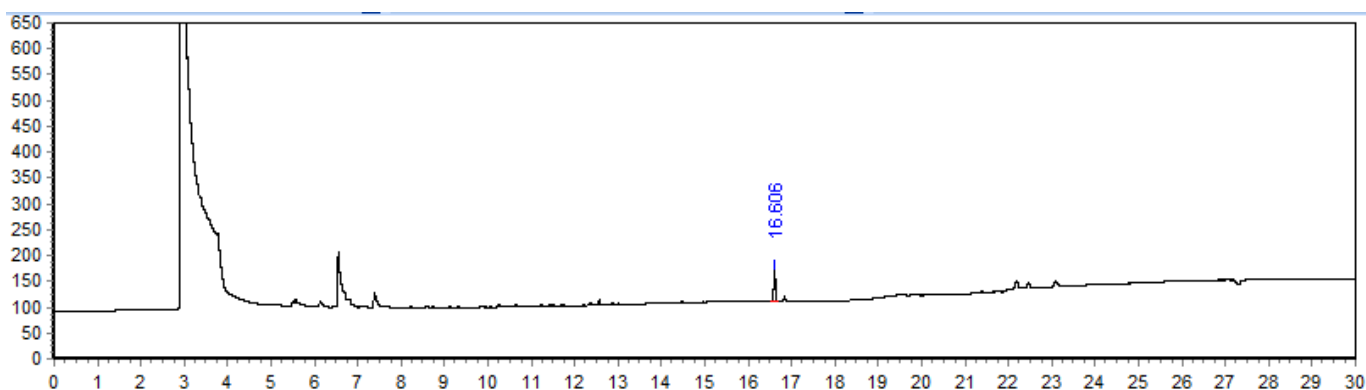


图 1.乙草胺标准品 0.1mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	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
1	乙草胺	16.606	63.17	162.82	100	72.413	954373

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

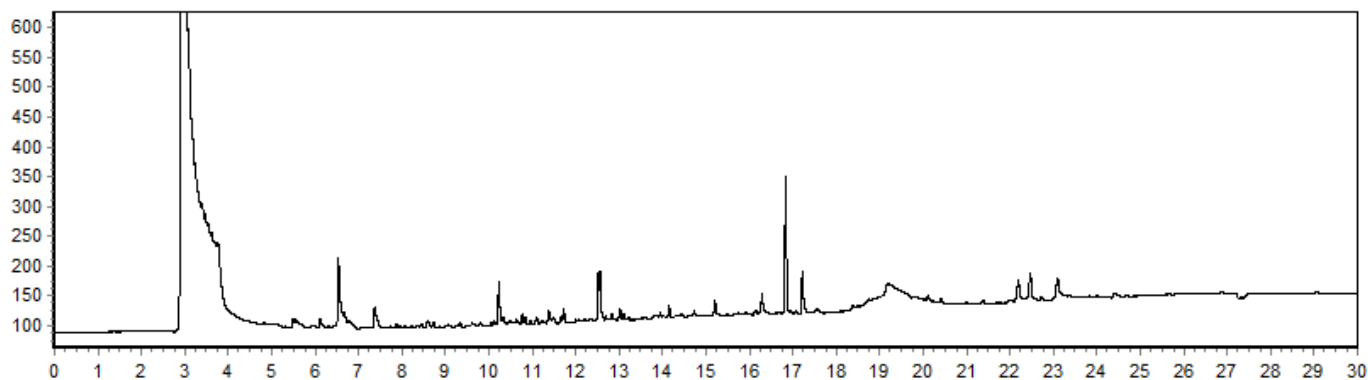


图 2.谷物样品空白图谱

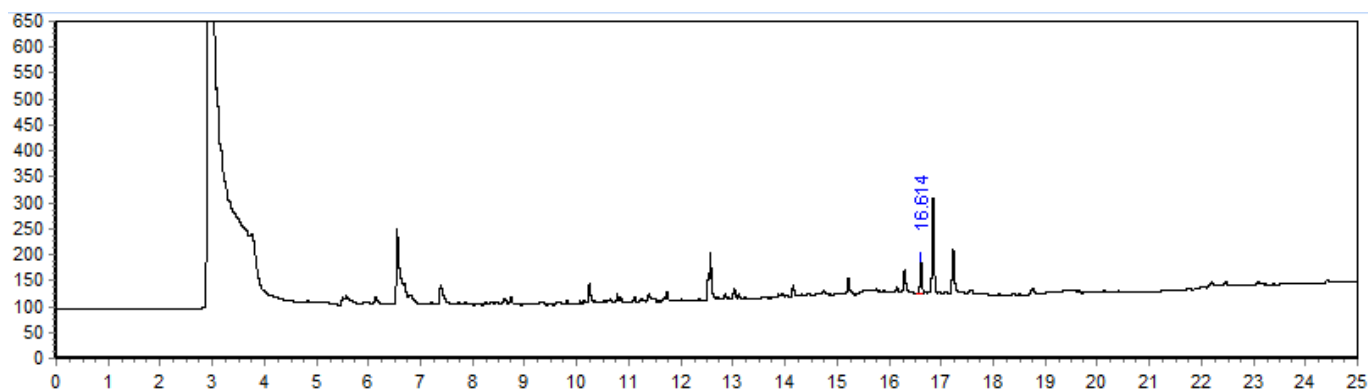


图 3.谷物样品加标 20.0ng/g 图谱

表 2: 加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
乙草胺	20	91.15	0.42

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

8.相关产品信息

货号	名称	规格
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30013	15mL 螺口尖底离心管	100 支/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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	气相色谱柱	SR-5ms 30m*0.25mm*0.25um
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads S-X3 400*25mm
00826-A010P050	乙草胺标准品	CAS No.:34256-82-1,50mg

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