

## 肉制品中 2, 4-滴丁酯的测定 SN/T 0590-2013

### 1、适用范围

适用于肉及肉制品中 2,4-滴丁酯的测定（本实验采用猪肉样品）

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) 标准贮备液：称取 1mg（精确至 0.01mg），用丙酮溶解并定容至 10mL，浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 2) 标准工作液：准确移取 0.1mL 标准贮备液，用正己烷溶解并定容至 10mL，浓度为 1  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 3) 正己烷-丙酮（1-1）：量取 100ml 正己烷和 100ml 丙酮，混匀。
- 4) 乙腈饱和的正己烷溶液：20ml 乙腈中加入 100ml 正己烷，充分振荡后，静置分层，去上层正己烷层备用。

### 3、实验过程

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。

- 1) 称取 5.0g 样品（精确至 0.01g），加入 20ml 乙腈，5g 氯化钠，超声 10min，离心 5min（5000r/min），移取上清液于分液漏斗中；
- 2) 再加入 20ml 乙腈，重复提取一次，合并两次上清液；
- 3) 量取 80ml 乙腈饱和的正己烷，进行萃取，剧烈摇晃后静置，收集下层于 100ml 鸡心瓶中，置于 40℃ 的水浴旋蒸，旋蒸至剩余 1-2ml 左右，待净化

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、净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Florisil PR,5g/30mL,

上样：待净化液，弃去

洗脱：量取 100ml 乙腈于鸡心瓶中，润洗并上样

浓缩：40 度旋蒸至干后用正己烷-丙酮定容至 2mL，上机。

## 5、注意事项

1) 加标水平：5g 样品中加入 25 $\mu$ L1ppm 混标，定容至 2mL，因此加标水平为 0.005mg/kg，最终机度数为 12.5ng/mL。

2) 若样品中含较多的水时，可在萃取后移取下层乙腈时，过无水硫酸钠柱，去除水分

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS, 30m $\times$ 0.25mm, 0.25 $\mu$ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度 60 $^{\circ}$ C；以 20 $^{\circ}$ C/min 升温至 250 $^{\circ}$ C，保持 3 分钟；以 30 $^{\circ}$ C/min 升温至 305 $^{\circ}$ C，保持 10 分钟
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	无分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	1 $\mu$ 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

## 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°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	5min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

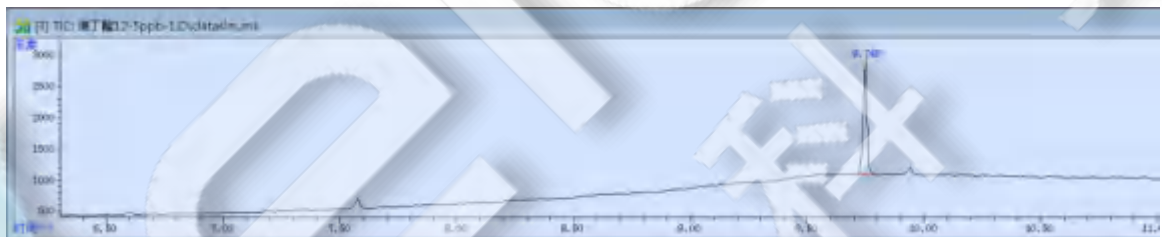


图 1.2,4-滴丁酯 12.5ng/mL 图谱

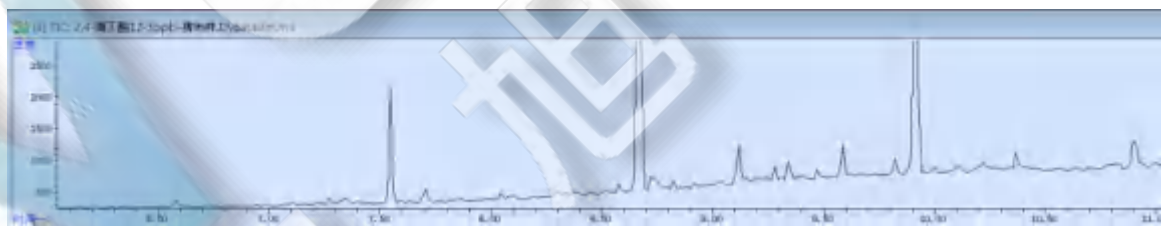


图 2.猪肉样品空白图谱

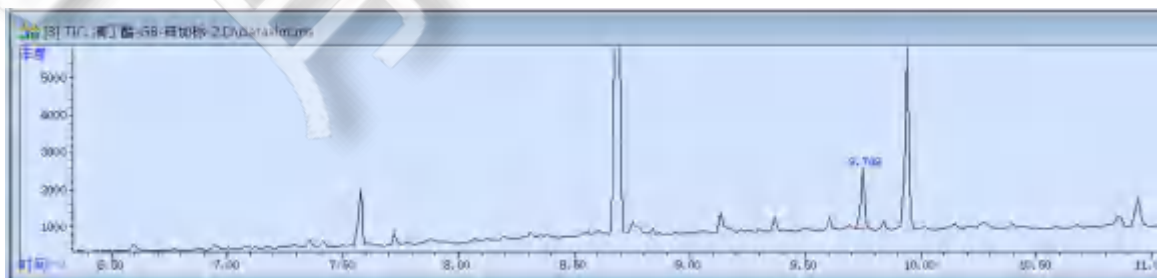


图 3. 猪肉样品加标 0.005 mg/kg 过柱图谱

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

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值
2, 4-滴丁酯	0.005mg/kg	86.46%	2.68%

## 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	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	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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25µm
00826-D310S100A NVC	2, 4-滴丁酯(2, 4-D-1- 丁酯)标准品	CAS No.:94-80-4,100µg/ml 于 乙腈,1.1ml

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