

水果中 4,6-二硝基邻甲酚残留量的测定

GB 23200.27-2016

1、适用范围

本标准适用于苹果、梨中水果中 4,6-二硝基邻甲酚残留量的检验，其他食品可参照执行。（本实验样品为苹果）

参考标准：《GB 23200.27—2016 食品安全国家标准 水果中 4,6-二硝基邻甲酚残留量的测定》

2、溶液的配制

1) 4,6-二硝基邻甲酚标准储备液：准确称取 5mg 4,6-二硝基邻甲酚标准品，用乙腈稀释并定容至 10mL，浓度为 500 μ g/mL。可在 0 $^{\circ}$ C~4 $^{\circ}$ C 冰箱中保存 3 个月。

2) 4,6-二硝基邻甲酚标准工作液：准确移取标准储备液 0.02mL，用乙腈稀释至 10mL，浓度为 1 μ g/mL。可在 0 $^{\circ}$ C~4 $^{\circ}$ C 冰箱中保存 1 个月。

3、提取步骤

样品前处理：将样品经搅拌机搅碎，冷藏保存，备用。

准确称取 1g 试样（精确至 0.01g）于 15 mL 离心管中，加入 3g 无水硫酸钠和 5mL 二氯甲烷，在漩涡混合器上充分混匀 3min，并于 4000r/min 离心 5min，将提取液转移至另一个 15mL 离心管中，残渣用 5mL 二氯甲烷重复提取一次，合并提取液，于 50 $^{\circ}$ C 氮吹浓缩至干。

4、衍生化



残渣于离心管中加入 0.4mL 乙腈溶解,再加入 100 μ L 衍生化试剂 MTBSTFA (N-叔丁基二甲基甲硅烷基-N-甲基三氟乙酰胺), 封口, 80 $^{\circ}$ C 下恒温衍生化 1h。取 250 μ L 标准工作液加入 100 μ L 衍生化试剂 MTBSTFA 和 150 μ L 乙腈, 封口, 在上述条件下进行衍生化。衍生化后的溶液过 0.22 μ m 的微孔滤膜, 供气相色谱-质谱联用仪使用。

5、注意事项

- 1) 加标水平: 1g 样品中加入 250 μ L 1 μ g/mL 混合标准工作液, 定容至 0.5mL, 因此加标水平为 0.25mg/kg, 最终机度数为 0.5 μ g/mL。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m
进样口温度	210 $^{\circ}$ C
升温程序	100 $^{\circ}$ C, 保持 1min, 以 30 $^{\circ}$ C/min 升温至 180 $^{\circ}$ C, 保持 1min, 以 50 $^{\circ}$ C/min 升温至 205 $^{\circ}$ C, 再以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 260 $^{\circ}$ C, 保持 20min。
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min
进样量	1 μ L

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	250°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子监测方式 (SIM)
监测离子	m/z 255/209/239/179
溶剂延迟	5min

7、色谱图或者加标回收率结果

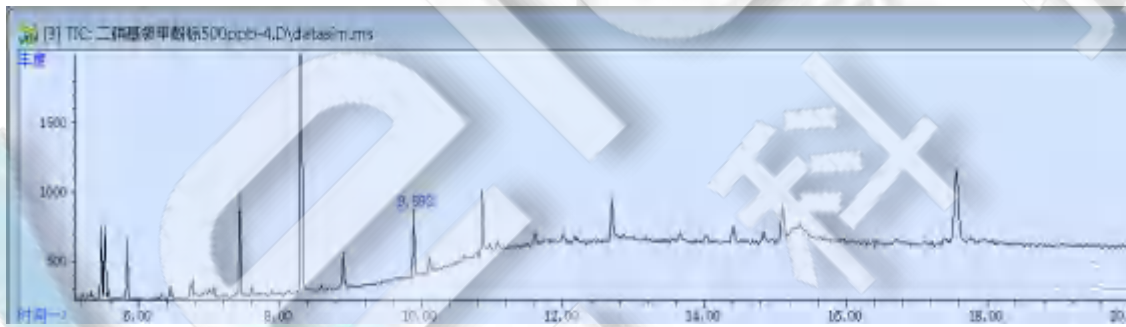


图 1. 4,6 二硝基邻甲酚 0.5 μ g/mL 图谱

表 1、出峰情况

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
4,6 二硝基邻甲酚	9.897	M	0.021	5701	9.869	9.927



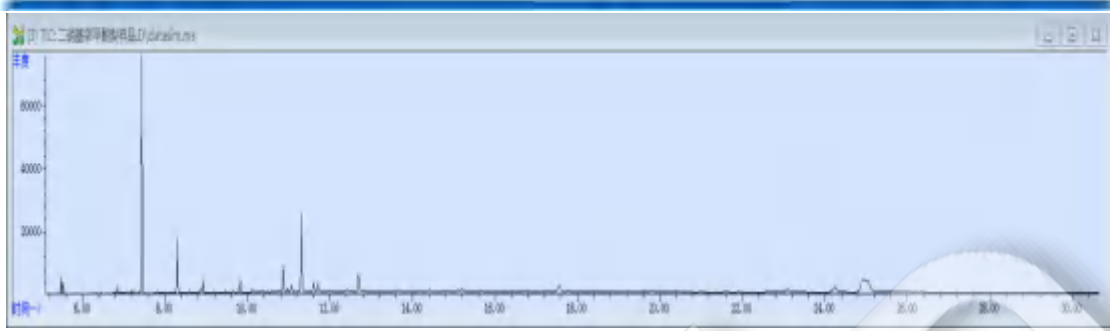


图 2. 梨样品空白图谱

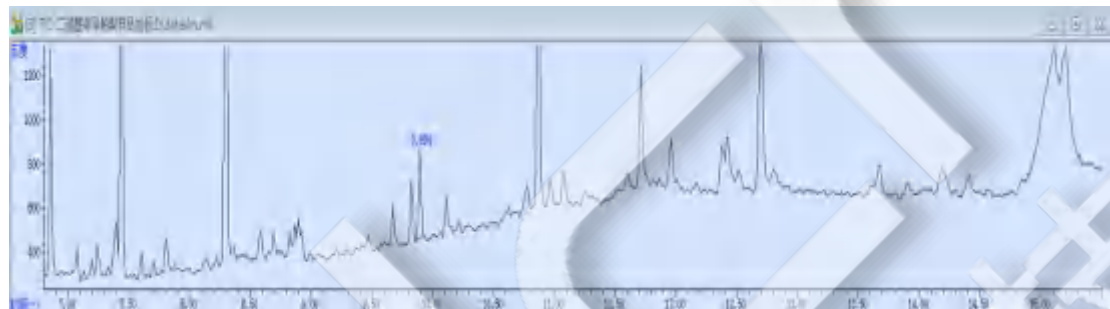


图 3. 梨样品加标 0.25mg/kg 图谱

表 2、加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
4,6 二硝基邻甲酚	0.25mg/kg	104.46%	3.04%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25μm



00837-05002	15mL 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, 15mL, 50/包
00826-D123P050	4,6-二硝基邻甲酚标准品	A2S, CAS No.:534-52-1,50mg

