

猪肉中双硫磷残留量的测定 GB 23200.80-2016

1、适用范围

适用于出口猪肉中双硫磷残留量的测定。（本实验选用样品为猪肉）

参考标准：《GB23200.80-2016 食品国家安全标准 肉及肉制品中双硫磷残留量检测方法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：称取双硫磷 1mg 用甲苯溶解并定容至 10mL，浓度为 100 μ g/mL
- 2) 标准工作液：吸取标准储备液 1mL 用甲苯溶解并定容至 10mL，浓度为 10 μ g/mL
- 3) 乙酸乙酯- 正己烷（3+7）：取 700mL 正己烷加入 300mL 乙酸乙酯，超声混匀待用。

3、提取步骤

猪肉试样称取 5g（精确至 0.1g），加入 5mL 乙腈，加入 20mL 丙酮，10g 无水硫酸钠超声提取 20min，6000r/min 离心 5min，吸取澄清液于浓缩瓶中，残渣中加入 20mL 丙酮重复提取 1 遍，合并提取液，于 25 $^{\circ}$ C 旋蒸至干，加入 5mL 正己烷带净化

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Florisil PR，规格：4000 mg/12mL。

活化：20mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，弃去流出液；

淋洗：10mL 正己烷，弃去流出液；

洗脱：20mL 乙酸乙酯/正己烷，收集流出液于 50mL 鸡心瓶中；

40 $^{\circ}$ C 旋蒸至干，准确加入 1mL 正己烷溶解残渣，GC/MS 检测。

5、注意事项

加标水平：5g 样中加入 0.1mL 10 μ g/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.2mg/kg，最终机度数为 1mg/L。

6、色谱条件

6.1 气相条件

色谱柱	WM-1701,30m \times 0.25mm,0.25 μ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 100 $^{\circ}$ C；20 $^{\circ}$ C/min, 升温至 280 $^{\circ}$ C，保持 15min
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	280 $^{\circ}$ C
离子源温度	230 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子扫描（SIM）
溶剂延迟	10min

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

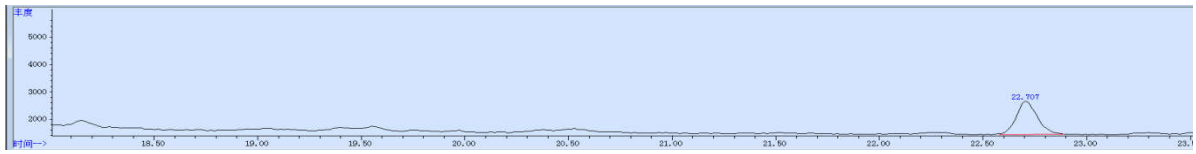


图 1. 双硫磷对照品 1 mg/L 图谱

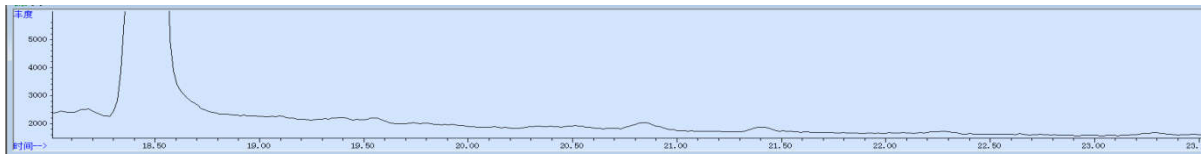


图 2.猪肉样品空白 图谱

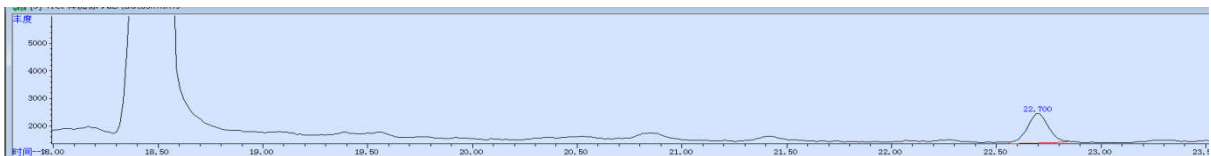


图 3. 猪肉样加标 0.2mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
双硫磷	0.2	108%	3.38%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20095	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR, 4g/12mL, 20pk
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-1701, 30m × 0.25mm, 0.25μm

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