

肉及肉制品中吡菌磷的测定

1、适用范围

适用于肉及肉制品中吡菌磷的测定。（本实验选用样品为猪肉）

参考标准：《GB 23200.79-2016 食品国家安全标准 肉及肉制品中吡菌磷残留量的测定 气相色谱法》

2、溶液的配置

吡菌磷标准品储备液：准确称取吡菌磷标准物质 10mg，用丙酮溶解并定容至 10mL，浓度为 1.0mg/mL。

吡菌磷标准品中间液：准确移取 1mL 吡菌磷标准品储备液，用丙酮定容至 10mL，浓度为 100mg/L。

吡菌磷标准使用液：准确移取 0.1mL 吡菌磷标准品中间液，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 1mg/L。

3、提取步骤

称取 5g 样品（取肌肉组织搅碎、混匀）于 50ml 具塞离心管中，加入 10g 无水硫酸钠（650℃灼烧 4h），加入 30mL 乙酸乙酯/环己烷（1/1）。在匀浆机上匀浆 5min，涡旋混匀 5min，超声提取 30min，8000r/min 离心 5min，将有机相全部移至旋转蒸发瓶中；残渣中再次加入 30mL 乙酸乙酯/环己烷（1/1），重复提取一次，合并有机相于旋转蒸发瓶中，35℃浓缩至 1mL 左右。将残液取出，用乙酸乙酯/环己烷（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
流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）

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

流速	5.0 mL /min
进样量	5.0mL
收集时间	17-25min
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 17-25min 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：5g 样中，分别添加 0.1、0.5mL 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.02、0.1mg/kg。

最终定容到 1mL，机读数为 0.1、0.5mg/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	WM-5, 30.0m×0.25mm×0.25 μ m
进样口温度	250℃
检测器 (FPD) 温度	200℃
载气	N ₂ , 尾吹气流速: 25mL/min; 氢气流速: 75mL/min, 空气流速: 100mL/min。
进样方式	不分流进样
载气流量	1.5mL/min
进样量	2μL
升温程序	220℃ 保持 10min, 10℃/min 升到 250℃, 保持 7min;

7、色谱图或者加标回收率结果

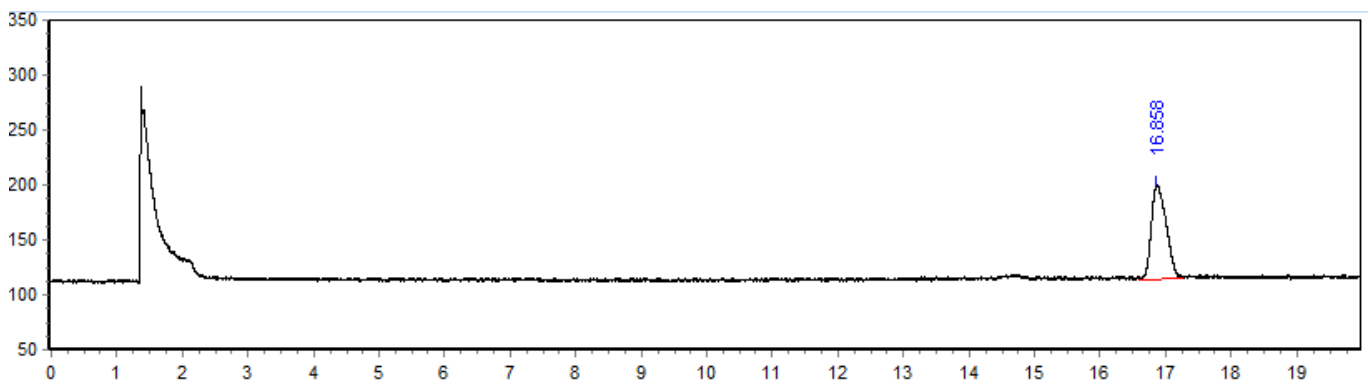


图 1.吡菌磷标准品 0.5mg/L 图谱

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	吡菌磷	16.858	85.86	1340.47	100	46.359	23989

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

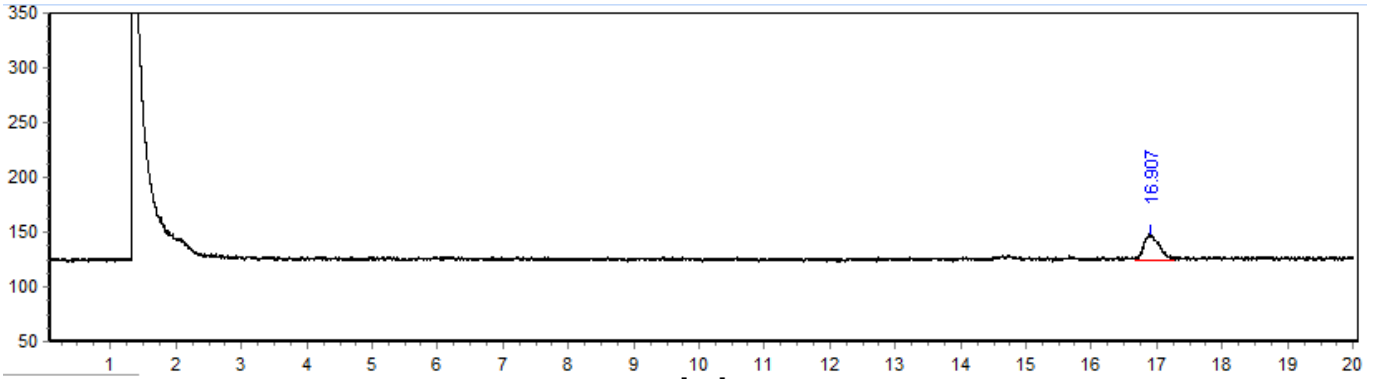


图 2.吡菌磷标准品 0.1mg/L 图谱

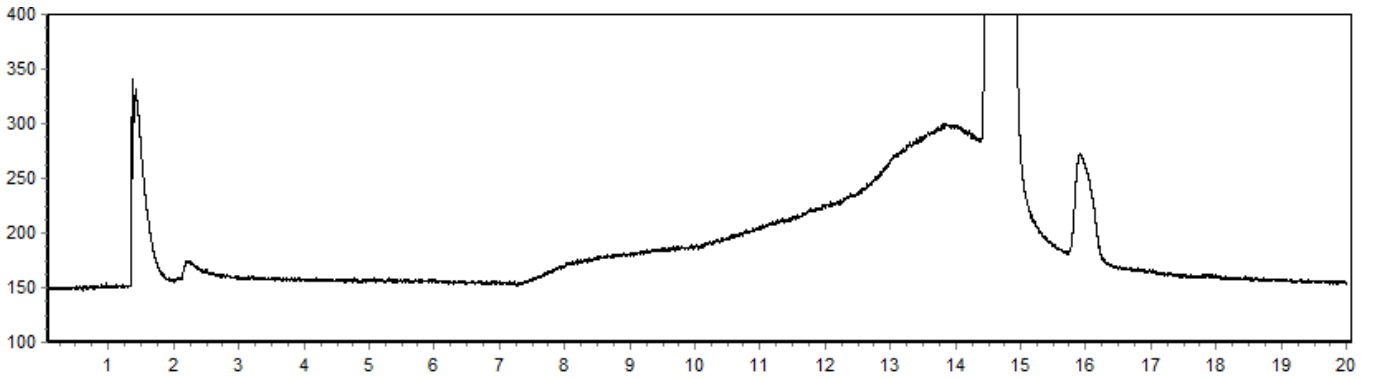


图 3.猪肉样品空白图谱

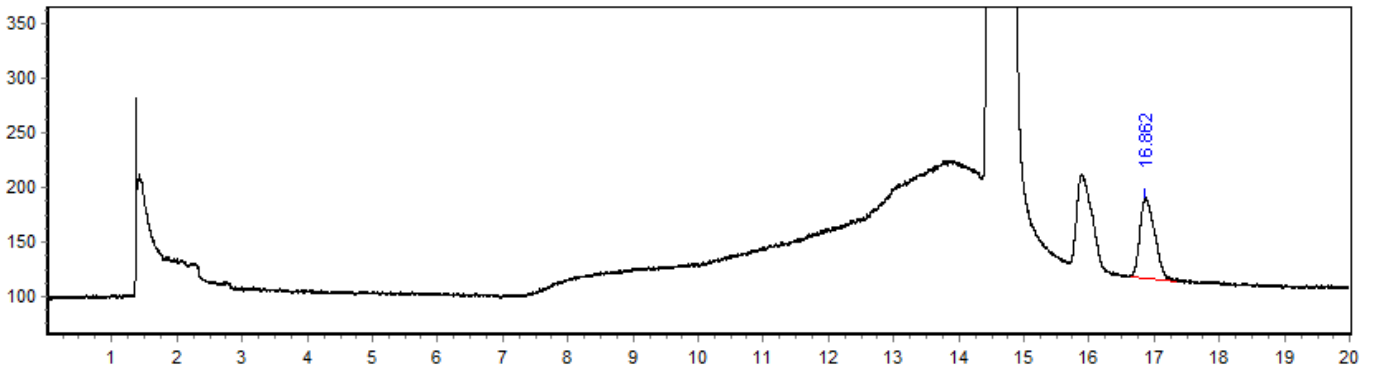


图 4.猪肉样品加标 100.0ng/g 图谱

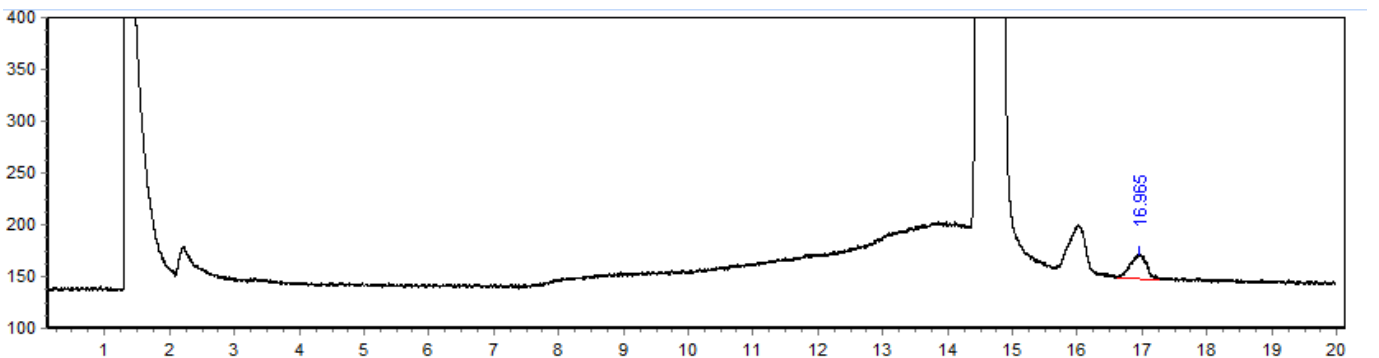


图 5.猪肉样品加标 20.0ng/g 图谱

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
吡菌磷	100	88.12	0.73
	20	90.46	1.63

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
03902-22001	气相色谱柱	WM-5 30m*0.25mm, 0.25um
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads S-X3 400*25mm
	吡菌磷标准品	CAS:13457-18-6

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