

## 1、适用范围

适用于动物源性食品中 5 种（乐果、甲基对硫磷、马拉硫磷、对硫磷、啶硫磷）有机磷的测定。  
（本实验选用样品为猪肉）

参考标准：《GB 23200.91-2016 食品安全国家标准 动物源性食品中 9 种有机磷农药残留量的测定 气相色谱法》

## 2、溶液的配制

有机磷标准品储备液（固体标准品）/单标：称取适量有机磷标准物质，用适量丙酮溶解，浓度为 1mg/mL。

有机磷中间液/混标：准确移取 5 种有机磷单标标准储备液各 0.1mL，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 10mg/L。

有机磷标准使用液/混标：准确移取 1mL 有机磷混标中间液，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 30mL 乙酸乙酯。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 20mL 乙酸乙酯，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，加入 2mL 乙酸乙酯-环己烷（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-环己烷（1：1）。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：

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

GPC 仪器型号	月旭 GPC-1600 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25×700mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）
流速	5.0 mL/min
进样量	5.0 mL
收集时间	37-46min
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 37-46min 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 μm 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，添加 0.1mL 1mg/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。

## 6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-1701，30.0m×0.32mm×0.25μm
进样口温度	250℃
检测器（FPD）温度	250℃
载气	N <sub>2</sub> ，尾吹气流速：30mL/min；氢气流速：75mL/min，空

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

	气流速：90mL/min。
进样方式	脉冲不分流进样，脉冲压力 25psi，脉冲时间 0.75min
载气流量	2.0mL/min
进样量	4 $\mu$ L
升温程序	100 $^{\circ}$ C 保持 2min，10 $^{\circ}$ C/min 升到 270 $^{\circ}$ C，保持 5min；

## 7、色谱图或者加标回收率结果

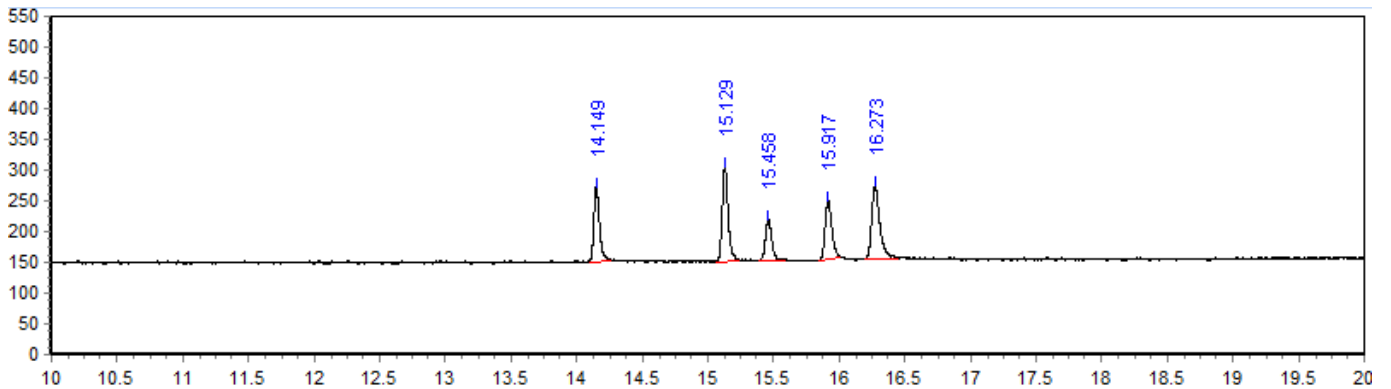


图 1.5 种有机磷标准品 0.1mg/L 图谱

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	乐果	14.149	122.74	369.46	18.8637	28.463	570986
2	甲基对硫磷	15.129	155.35	487.38	24.8842	12.790	590391
3	马拉硫磷	15.458	68.12	237.53	12.1275	3.979	508605
4	对硫磷	15.917	95.35	343.06	17.5159	5.106	459198
5	啉硫磷	16.273	119.00	521.15	26.6087	3.546	368256

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

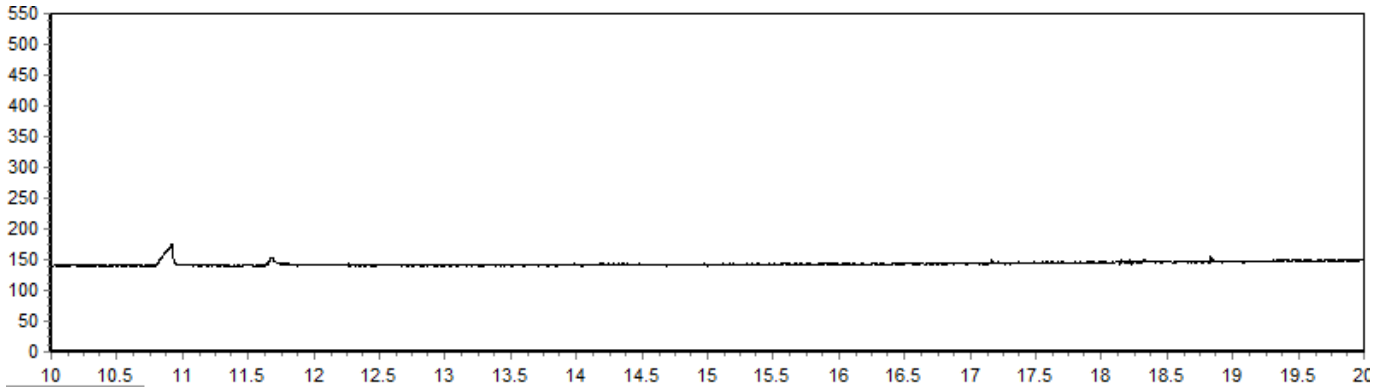


图 2.猪肉样品空白图谱

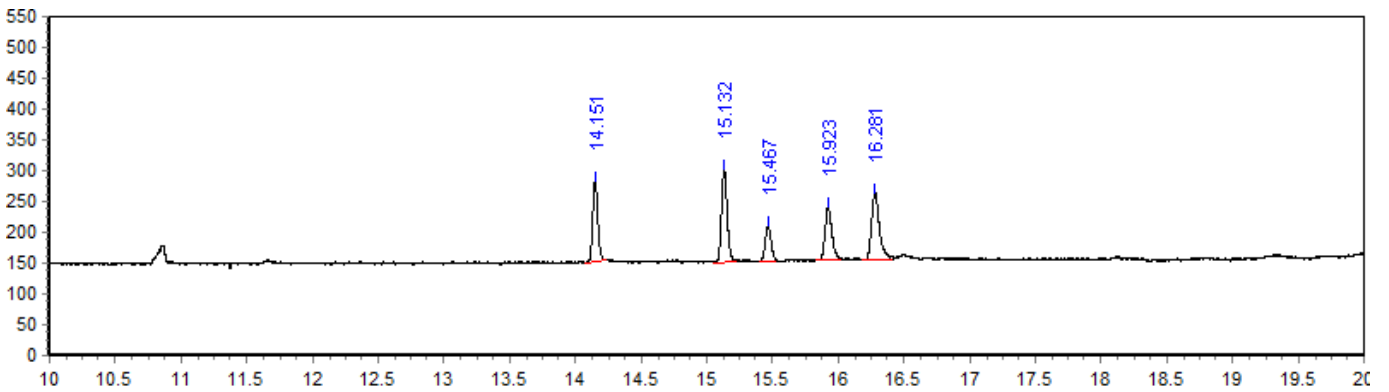


图 3.猪肉样品加标 20.0ng/g 图谱

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
乐果	20.0	100.20%	3.33%
甲基对硫磷		94.35%	0.85%
马拉硫磷		80.22%	2.81%
对硫磷		88.43%	1.55%
啶硫磷		86.82%	2.75%

## 8. 相关产品信息

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

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
03907-32001	气相色谱柱	WM-1701 30m*0.32mm*0.25um
00823-00003	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads S-X3 700*25mm
00826-70383	对硫磷标准溶液	CAS No.:56-38-2, 1000μg/mL 于甲醇, 1mL
00826-70406	甲基对硫磷标准溶液	CAS No.:298-00-0, 1000μg/mL 于甲醇, 1mL
00826-70363	乐果标准溶液	CAS No.:60-51-5, 1000μg/mL 于甲醇, 1mL
00826-M002P100	马拉硫磷标准品	CAS No.:121-75-5,100mg
00826-Q001P250	喹硫磷标准品	CAS No.:13593-03-8, 250mg

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