

围剿果汁中致癌杀菌剂多菌灵-迪马先行

据新华社电 美国食品和药物管理局宣布, 暂停从所有国家和地区进口橙汁, 以检测进口橙汁是否含有一种名为多菌灵的化学制剂。食品和药物管理局 2012 年 1 月 11 日声明, 如果进口橙汁的多菌灵含量低于痕量, 将得以放行进入美国市场并销售。痕量在化学上指极小的量, 少得仅有一点痕迹。

医学研究表明, 多菌灵能增加动物肝脏患肿瘤的风险。美国可口可乐公司上月知会食品和药物管理局, 一些巴西果农向果树喷洒多菌灵。食品和药物管理局随后在从巴西进口的橙汁中发现这种杀菌剂。

针对橙汁中多菌灵的检测, 出入境检验检疫行业标准《SN/T 1753-2006 进出口浓缩果汁中噻菌灵、多菌灵残留量检测方法 高效液相色谱法》使用混合相固相萃取小柱进行提取、净化; 配有二极管阵列检测器的高效液相色谱仪检测。迪马科技一直致力于为食品安全提供全方位的解决方案, 早期曾借鉴上述行业标准使用 ProElutTM PXC 混合阳离子交换固相萃取柱进行各种果汁样品的提取、净化, 高效液相色谱法检测。该方法操作简单, 重现性好, 回收率高, 成本低。可作为出入境检验检疫等检测机构及各个食品行业多菌灵检测的参考方法!

以下为迪马科技关于果汁中多菌灵和噻菌灵检测的解决方案, 供您参考!

果汁中多菌灵和噻菌灵杀菌剂的测定

1、适用范围

适用于果汁饮料、纯果汁和浓缩果汁中多菌灵和噻菌灵等杀菌剂的检测。

2、样品准备

2.1 果汁饮料和纯果汁

将10mL 样品置于50mL 离心管, 用0.1mol/L NaOH 溶液将样品的pH 值调为10-11 之间。加入15mL 乙酸乙酯, 振荡提取1 min, 4,000 rpm 下离心1 min, 收集乙酸乙酯层, 再用15mL 乙酸乙酯重复提取一次, 合并有机相, 30°C 下减压蒸馏至近干, 用6mL 0.1mol/L HCl 分两次溶解残渣, 待净化。

2.2 浓缩果汁

将2mL 样品置于50mL 离心管，加入8mL 水，混匀，用0.1 mol/L NaOH 溶液将样品的pH 值调为10-11 之间。其余步骤与2.1 同。

3、净化

ProElut PXC 60mg/3mL (Cat# 68203)

- a 活化: 3mL 甲醇活化, 3mL 水平衡;
- b 上样: 将待净化液加入小柱, 流出液弃去;
- c 淋洗: 依次用3mL 水和3mL 甲醇淋洗, 流出液弃去;
- d 洗脱: 3mL 5% 氨水甲醇溶液洗脱, 收集洗脱液;
- e 重新溶解: 30°C 下将洗脱液减压蒸馏至近干, 用流动相溶解并定容至1mL, 滤膜过滤后HPLC 分析。

*e 步骤是供参考的, 使用者可根据自己使用的分析仪器进行调整。

4、色谱条件*

色谱柱: Diamonsil C18(2) 250 x 4.6mm ID, 5µm (Cat# 99603)
 流动相: 磷酸缓冲液/乙腈=75/25 ; 磷酸缓冲液: 1.38g 磷酸二氢钠+1.41g 磷酸氢二钠, 加水溶解至1000mL
 流 速: 1.0mL/min
 进样量: 20µL
 检测器: UV 288nm
 柱 温: 30°C

* 本方法中, 目标化合物是由HPLC 测定的, 但这并不表明其他仪器不适合。当您采用其他方式进行检测时, 同样可以采用本方法进行样品前处理。

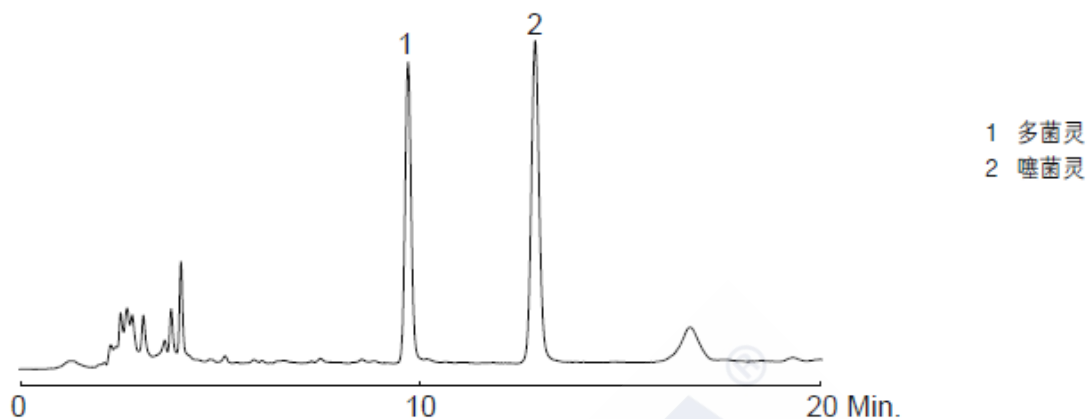
5 添加回收结果

5.1 葡萄汁

分析物	添加水平(mg/L)	回收率 (%)	RSD (n*=3)/%
多菌灵	0.1	87	8
	0.5	99.7	3.5

噻菌灵	0.1	83.1	7.8
	0.5	102.6	3.8

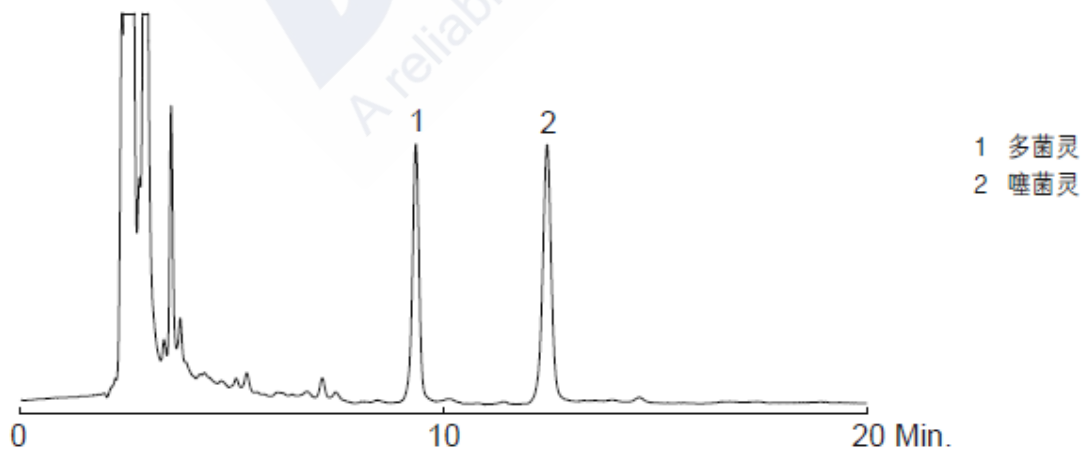
*n : 平行样品的数量



5.2 橙汁

分析物	添加水平 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (n*=3)/%
多菌灵	0.1	100.4	2.6
	0.5	94.4	4.5
噻菌灵	0.1	98.1	3.1
	0.5	98.3	1.9

*n : 平行样品的数量

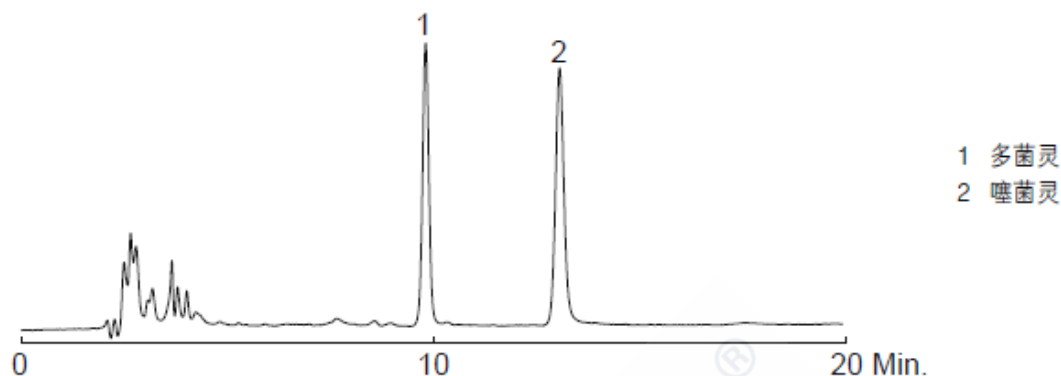


5.3 桃汁

分析物	添加水平 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (n*=3)/%
多菌灵	0.1	89.9	2.4
	0.5	92.3	5.5

噻菌灵	0.1	90	1.6
	0.5	92.6	2.9

*n : 平行样品的数量



相关产品信息 (现货)

(参考 SN/T 1753-2006 进出口浓缩果汁中噻菌灵、多菌灵残留量检测方法高效液相色谱法)

货号	名称	规格
样品前处理		
68203	混合型阳离子交换固相萃取柱 ProElut PXC	60mg/3mL, 50/pk
244358	12 管防交叉污染真空 SPE 萃取装置	12 位
4803	1,3,6mL 柱管通用连接器	15/pk
4806	考克(控制流量)	15/pk
99011	真空/正压两用泵, 无油	1/pk
99013	抽滤瓶套装 (包括硅橡胶管 2 米, 2L 抽滤瓶及橡胶塞)	1/pk
37180	针头式过滤器 Nylon	13mm, 0.45μm 100/pk
色谱柱及保护柱		
99603	反相高效液相色谱柱 Diamonsil C18(2)	250 × 4.6mm, 5μm
6201	EasyGuard C18 保护柱	10 × 4.0mm 2 个柱芯+1 个柱套
标准品		
12-PS-1077	多菌灵[10605-21-7]	100mg
46377	噻菌灵[148-79-8]	100mg

HPLC 溶剂•缓冲盐•离子对试剂		
50102	甲醇 HPLC 级	4L
50101	乙腈 HPLC 级	4L
50104	乙酸乙酯 HPLC 级	4L
50157	磷酸二氢钠, 无水 HPLC 级	100g
50158	磷酸氢二钠, 无水 HPLC 级	100g
50133	磷酸 HPLC 级	50mL
通用色谱产品		
52401B	瓶架/蓝色 (现货)	50 孔
52401A	瓶架/白色 (现货)	50 孔
5323	样品瓶 (棕色/螺纹)	2mL, 100/pk
5325	样品瓶盖/含垫 (已组装)	100/pk
H80465	HPLC 进样针	25μL