

肉及肉制品种巴毒磷残留量的测定

1、适用范围

本标准规定了测定肉及肉制品中巴毒磷残留量的测定方法（本实验样品为猪肉）。

参考标准：《GB 23200.78-2016 肉及肉制品种巴毒磷残留量的测定》

2、溶液的配制

- 1) 环己烷-乙酸乙酯（1-1，体积比）：取 100mL 环己烷，加入 100mL 乙酸乙酯，摇匀备用。
- 2) 标准储备溶液：准确吸取 1.0mL 1000 μ g/mL 巴毒磷液体标准品，用丙酮溶定容至 10mL，配制成 100 μ g/mL 标准储备液，标准储备溶液避光于 0~4 $^{\circ}$ C 保存。
- 3) 标准工作溶液：准确移取标准储备液 100 μ L 用丙酮定容至 10mL，得到 1 μ g/mL 标准工作溶液，标准工作溶液避光于 0~4 $^{\circ}$ C 保存。

3、提取步骤

准确称取 5g 试样（精确至 0.01g）于 50 mL 离心管中，加入 5g 无水硫酸钠，然后加入 20mL 环己烷-乙酸乙酯（1-1，体积比），均质 2min，以 3000r/min 离心 3min，吸取上层有机溶剂于 100 mL 鸡心瓶中，在残渣中再次加入两次 20mL 环己烷-乙酸乙酯，重复上述步骤重复提取两次，合并提取液。于 40 $^{\circ}$ C 下浓缩至约 5mL，将提取液转移至 10mL 容量瓶中，并用 3mL 环己烷-乙酸乙酯分三次洗涤鸡心瓶，合并洗涤液于容量瓶中，用环己烷-乙酸乙酯定容至 10mL，待净化。



4、净化步骤

| | |
|----------|-------------------------------------|
| 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 25×400mm |
| 流动相 | 乙酸乙酯-环己烷（1:1） |
| 流速 | 5.0 mL /min |
| 进样量 | 5.0mL |
| 收集时间 | 17-31min |



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 17-31min 馏分，将馏分在 40℃下旋蒸至干，用 1mL 丙酮溶解残渣，待检测。

5、注意事项



- 1) 加标水平：5g 样品中加入 200 μ L 1 μ g/mL 标准工作液，因此加标水平为 0.04mg/kg，最终机度数为 0.1 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 | 250 $^{\circ}$ C |
| 升温程序 | 180 $^{\circ}$ C，保持 1min，以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 280 $^{\circ}$ C，保持 5min。 |
| 载气 | 高纯氦气（纯度>99.999%） |
| 进样方式 | 不分流进样 |
| 恒流模式 | 1.5mL/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 | 193.1/166.1/127.1/105.1 |
| 溶剂延迟 | 3min |



7、色谱图或者加标回收率结果

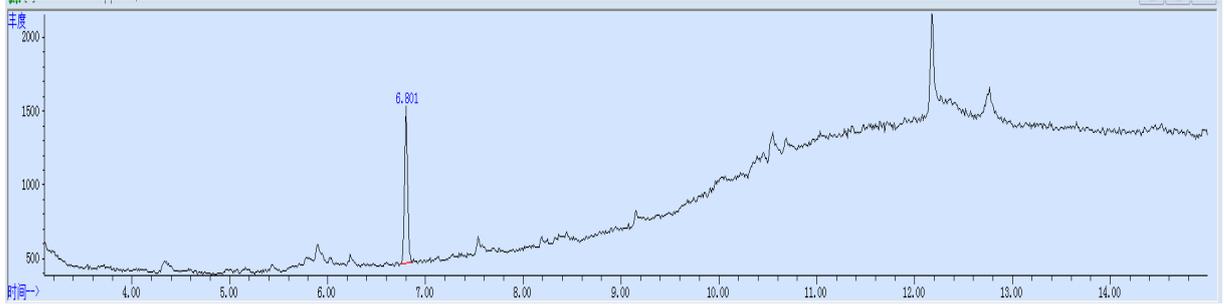


图 1. 巴毒磷 0.1µg/mL 标准图谱

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 |
|-----|-------|----|-------|--------|-------|-------|
| 巴毒磷 | 6.796 | M | 0.039 | 190423 | 6.729 | 6.849 |

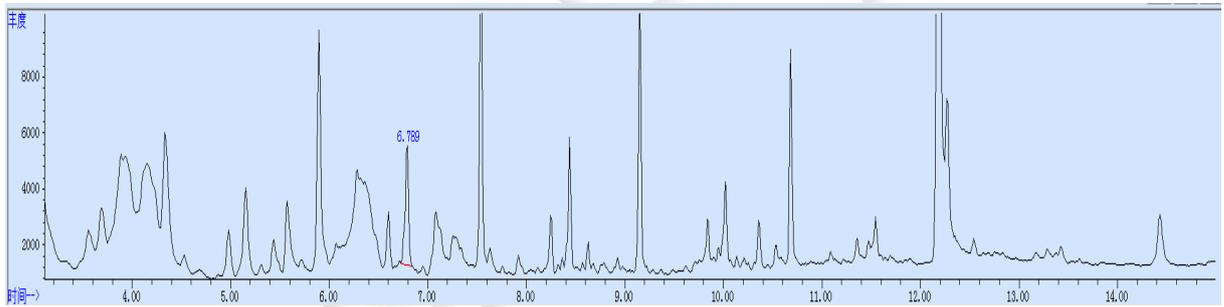


图 2. 猪肉样品图谱

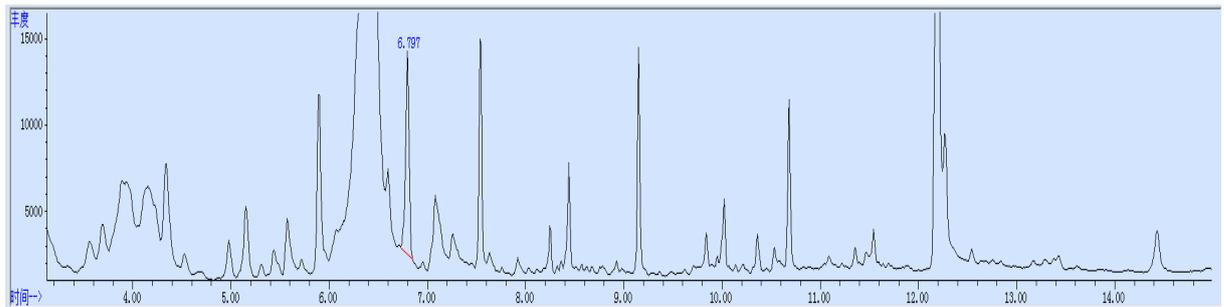


图 3. 猪肉样品加标图谱

表 2、加标回收率表

| 物质 | 加标水平 | 平均回收率 | RSD 值 (n=2) |
|-----|-----------|--------|-------------|
| 巴毒磷 | 0.04mg/kg | 97.59% | 2.14% |

8、相关产品信息

| 货号 | 名称 | 规格 |
|----------------|--------------|--|
| 00823-00002 | GPC 凝胶色谱柱 | Welch Bio-Beads SX3 400*25mm |
| 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 |
| 00837-05006 | 50mL 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, 50mL, 50/包 |
| 00826-C360P010 | 丁烯磷/巴毒磷标准品 | A2S, CAS No.:7700-17-6, 10mg |

