

中华人民共和国国家标准

GB 23200.79—2016

食品安全国家标准 肉及肉制品中吡菌磷残留量的测定 气相色谱法

National food safety standards—
Determination of pyrazophos residue in meat and meat products—
Gas chromatography

2016-12-18 发布

2017-06-18 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
中 华 人 民 共 和 国 农 业 部 发 布
国家食品药品监督管理总局



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN/T 0675—2011《出口肉及肉制品中定菌磷残留量检测方法 气相色谱法》。与 SN/T 0675—2011 相比,主要变化如下:

- 标准文本格式修改为食品安全国家标准文本格式;
- 标准名称和范围中“出口肉及肉制品”改为“肉及肉制品”;
- 标准范围中增加“其他食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN 0675—1997、SN/T 0675—2011。

食品安全国家标准
肉及肉制品中吡菌磷残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了肉及肉制品中吡菌磷残留量检验的气相色谱测定方法。
本标准适用于猪肉、鸡肉和牛肉中吡菌磷残留量的检测,其他食品可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样用环己烷—乙酸乙酯(1+1,体积比)均质提取,提取液用凝胶渗透色谱净化,浓缩、定容后用气相色谱测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 所规定的一级水。

4.1 试剂

- 4.1.1 环己烷(C_6H_{12}):色谱纯。
- 4.1.2 乙酸乙酯($C_4H_8O_2$):色谱纯。
- 4.1.3 正己烷(C_6H_{14}):色谱纯。
- 4.1.4 甲苯(C_7H_8):色谱纯。
- 4.1.5 无水硫酸钠(Na_2SO_4):用前在 $650^{\circ}C$ 灼烧 4 h,储于干燥器中,冷却后备用。

4.2 溶液配制

环己烷—乙酸乙酯混合溶剂(1+1,体积比):取 100 mL 环己烷,加入 100 mL 乙酸乙酯,摇匀备用。

4.3 标准品

吡菌磷标准物质(pyrazophos;分子式: $C_{14}H_{20}N_3O_5PS$;CAS 号:13457-18-6):纯度 $\geq 97\%$ 。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 吡菌磷标准储备溶液

准确称取适量的吡菌磷标准物质(精确至 0.1 mg),用甲苯配成浓度约为 1.0 mg/mL 的标准储备液。

4.4.2 吡菌磷标准工作溶液

根据检测要求,分别吸取上述标准储备液,用正己烷稀释成适当浓度的标准工作溶液。

4.5 材料

- 4.5.1 滤膜:0.45 μm ,有机系。
- 4.5.2 无水硫酸钠柱:在筒形漏斗(内径 1.5 cm),内装约 5 cm 高的无水硫酸钠。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱仪:配有火焰光度检测器(FPD),带磷滤光片。
- 5.2 凝胶渗透色谱仪。
- 5.3 分析天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。
- 5.4 离心机。
- 5.5 旋转蒸发器。
- 5.6 氮气吹干仪。
- 5.7 均质器。

6 试样制备和保存

6.1 试样的制备

取样部位按 GB 2763 的规定执行。样品用绞肉机绞碎,充分混匀,用四分法缩分至不少于 500 g,装入清洁容器内,密封后,标明标记。

6.2 试样的保存

将试样于 -18°C 以下冷冻保存。

7 分析步骤

7.1 提取

称取 10 g 试样(精确至 0.01 g)于盛有 20 g 无水硫酸钠的 100 mL 离心管中,加入 30 mL 环己烷—乙酸乙酯混合溶剂,用均质器在 15 000 r/min 均质提取 1.5 min 后,在 3 000 r/min 离心 3 min。上清液通过装有无水硫酸钠的筒形漏斗,收集于 100 mL 梨形瓶中。残渣用 30 mL 环己烷—乙酸乙酯混合溶剂同上提取操作,合并 2 次提取液,用少量的环己烷—乙酸乙酯混合溶剂洗涤无水硫酸钠柱。将提取液于 40°C 水浴旋转蒸发至约 2 mL,待净化。

7.2 净化

7.2.1 凝胶渗透色谱仪器条件

- a) 净化柱:400 mm $\times$ 25 mm,内装 BIO-Beads S-X3 填料,或相当者;
- b) 流动相:环己烷—乙酸乙酯(1+1,体积比);
- c) 流速:5 mL/min;
- d) 进样量:5 mL;
- e) 开始收集时间:1 200 s;
- f) 结束收集时间:1 800 s。

7.2.2 净化步骤

将浓缩的提取液转移至 10 mL 刻度离心试管中,并用环己烷—乙酸乙酯混合溶剂多次洗涤梨形瓶,合并洗液并定容至刻度。在 4 000 r/min 离心 5 min 后,将上清液用 0.45 μm 有机相滤膜滤入凝胶渗透色谱仪进样瓶中。用凝胶渗透色谱仪净化,收集 1 200 s~1 800 s 的流出液。将流出液用氮气吹干仪吹干,加入 1.0 mL 正己烷溶解,混匀,供气相色谱仪测定。

7.3 测定

7.3.1 色谱测定参考条件

- a) 色谱柱:HP-5,30 m $\times$ 0.32 mm(内径),膜厚 0.25 μm ,或相当者;
- b) 色谱柱温度:初始温度 220°C ,保持 10 min;以 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 250°C ,保持 7 min;

- c) 载气(N₂):流速 1.5 mL/min;
- d) 氢气(H₂):流速 75 mL/min;
- e) 空气:流速 100 mL/min;
- f) 检测器温度:280℃;
- g) 进样口温度:250℃;
- h) 进样体积:1 μL;
- i) 进样方式:无分流进样,1.5 min 后打开分流阀。

7.3.2 色谱测定

根据试样中吡菌磷的含量,选取适宜浓度的标准工作溶液与待测样液等体积进样。标准工作液和待测样液中,吡菌磷的响应值应在仪器响应线性范围内。在上述色谱条件下,吡菌磷的保留时间约为 14.9 min,根据峰面积外标法定量。标准品色谱图参见附录 A。

7.4 空白试验

除不加试样外,均按 7.1~7.3 的规定执行。

8 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中吡菌磷的残留含量。

$$X = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \quad (1)$$

式中:

- X ——试样中吡菌磷残留含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A ——试样溶液中吡菌磷色谱峰的峰面积;
- c_s ——标准工作溶液中吡菌磷的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- A_s ——标准工作溶液中吡菌磷色谱峰的峰面积;
- m ——最终样液所代表的试样质量,单位为克(g)。

计算结果须扣除空白值,测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留 2 位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值(百分率),应符合附录 B 的要求。

9.2 在再现性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值(百分率),应符合附录 C 的要求。

10 定量限和回收率

10.1 定量限

本方法吡菌磷的定量限为 0.01 mg/kg。

10.2 回收率

当添加水平为 0.01 mg/kg、0.02 mg/kg、0.05 mg/kg 时,吡菌磷的添加回收率参见附录 D。

附 录 A
(资料性附录)
吡菌磷标准品气相色谱图

吡菌磷标准品气相色谱图见图 A.1。

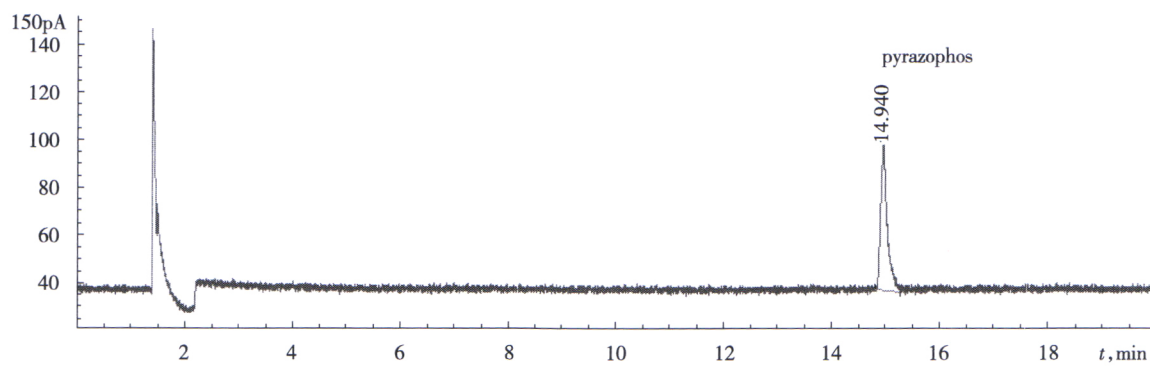


图 A.1 吡菌磷标准品气相色谱图

附 录 B
(规范性附录)
实验室内重复性要求

实验室内重复性要求见表 B. 1。

表 B. 1 实验室内重复性要求

被测组分含量(C) mg/ kg	精密度(RSD) %
$C\leqslant0.001$	36
$0.001<C\leqslant0.01$	32
$0.01<C\leqslant0.1$	22
$0.1<C\leqslant1$	18
$C>1$	14

附 录 C
(规范性附录)
实验室间重复性要求

实验室间重复性要求见表 C.1。

表 C.1 实验室间重复性要求

被测组分含量(C) mg/kg	精密度(RSD) %
$C \leq 0.001$	54
$0.001 < C \leq 0.01$	46
$0.01 < C \leq 0.1$	34
$0.1 < C \leq 1$	25
$C > 1$	19

附 录 D
(资料性附录)
基质样品的添加回收率和精密度

基质样品的添加回收率和精密度见表 D.1。

表 D.1 基质样品的添加回收率和精密度

基质名称	添加水平 mg/kg	回收率 %	精密度(RSD) %
猪肉	0.01	82.5~104.2	8.3
	0.02	82.1~96.7	5.6
	0.05	83.5~93.1	3.9
鸡肉	0.01	80.8~103.3	8.0
	0.02	80.0~92.5	5.2
	0.05	80.8~96.5	5.9
牛肉	0.01	81.7~107.5	8.0
	0.02	83.8~97.5	5.8
	0.05	82.7~97.7	5.9

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 安 全 国 家 标 准
肉 及 肉 制 品 中 吡 菌 磷 残 留 量 的 测 定
气 相 色 谱 法

GB 23200.79—2016

* * *

中 国 农 业 出 版 社 出 版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)
北 京 印 刷 一 厂 印 刷
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 销

* * *

开 本 880mm×1230mm 1/16 印 张 0.75 字 数 15 千 字
2017 年 6 月 第 1 版 2017 年 6 月 北 京 第 1 次 印 刷
书 号: 16109·4123
定 价: 18.00 元



GB 23200.79—2016

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话: (010) 65005894