



中华人民共和国国家标准

GB 23200.78—2016

食品安全国家标准 肉及肉制品中巴毒磷残留量的测定 气相色谱法

National food safety standards—
Determination of crotoxyphos 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 0641—2011《出口肉及肉制品中丁烯磷残留量的测定 气相色谱法》。与 SN/T 0641—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 0641—1997、SN/T 0641—2011。

食品安全国家标准

肉及肉制品中巴毒磷残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了肉及肉制品中巴毒磷残留量的测定方法。

本标准适用于猪肉、香肠和午餐肉等肉及肉制品中巴毒磷残留量的测定,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

试样中残留的巴毒磷经环己烷—乙酸乙酯混合溶剂提取,提取液经凝胶渗透色谱净化,用配有火焰光度检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。如有必要,可用气相色谱—质谱法确证。

4 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 丙酮(C_3H_6O):色谱纯。

4.1.2 环己烷(C_6H_{12}):色谱纯。

4.1.3 乙酸乙酯($C_4H_8O_2$):色谱纯。

4.2 溶液配制

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

4.2.2 无水硫酸钠:650℃灼烧 4 h,储于密封容器中备用。

4.3 标准品

巴毒磷标准品(Crotoxyphos, $C_{14}H_{19}O_6P$, CAS 号:7700-17-6):纯度 $\geq 99\%$ 。

4.4 巴毒磷标准溶液配制

准确称取适量的巴毒磷标准品,用丙酮配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液,再根据需要用丙酮稀释成适当浓度的标准工作溶液。标准储备液在 0℃~4℃冰箱中保存,有效期为 12 个月;标准工作液在 0℃~4℃中保存,有效期为 6 个月。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪:火焰光度检测器,配有磷滤光片(526 nm)。

5.2 凝胶渗透色谱仪:配有单元泵、馏分收集器。

5.3 离心机:转速 $> 3\,000$ r/min。

5.4 电子天平:感量精确至 0.000 1 g。

5.5 均质器。

5.6 旋转蒸发器。

5.7 浓缩瓶:100 mL。

5.8 有机相微孔滤膜:0.45 μm 。

5.9 无水硫酸钠柱:柱长 7 cm、内径 2 cm 的桶形漏斗,内装约 3 cm 无水硫酸钠。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

将所取全部样品缩分出具有代表性样品不少于 500 g,取样部位按 GB 2763 的规定执行。经捣碎机充分捣碎均匀,均分成 2 份,分别装入洁净容器,密封,标明标记。

6.2 试样保存

将试样于 -18°C 以下冷冻保存。在制样的操作过程中,应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

7 分析步骤

7.1 提取

称取试样约 10.0 g(精确至 0.1 g)于 50 mL 离心管中,加入 10 g 无水硫酸钠,用玻璃棒搅拌使之与样品充分混合。然后,加入 20 mL 环己烷—乙酸乙酯(1+1,体积比),均质 2 min,以 3 000 r/min 离心 3 min。吸取上层有机相过无水硫酸钠柱,收集于 100 mL 浓缩瓶中。残渣再用 40 mL 环己烷—乙酸乙酯(1+1,体积比)按上述步骤分 2 次提取,合并提取液于 40°C 下浓缩至约 5 mL。将提取液转移至 10 mL 刻度试管中,并用 3 mL 环己烷—乙酸乙酯(1+1,体积比)分 3 次洗涤浓缩瓶,合并洗涤液于刻度试管中。用环己烷—乙酸乙酯(1+1,体积比)定容至 10 mL,过 0.45 μm 滤膜,待凝胶渗透色谱(GPC)净化。

7.2 净化

7.2.1 凝胶渗透色谱(GPC)净化

7.2.2 凝胶渗透色谱条件

- 凝胶净化柱:柱长 400 mm,内径 25 mm,Bio Beads S-X3,或相当者;
 - 流动相:环己烷—乙酸乙酯(1+1,体积比);
 - 流速:5.0 mL/min;
 - 样品定量环:5.0 mL;
 - 预淋洗时间:17 min;
 - 凝胶渗透色谱仪平衡时间:5 min;
- 收集时间:17 min~30 min。

7.2.3 凝胶渗透色谱净化步骤

将 10 mL 待净化液按 7.2.2 规定的条件进行净化,将所收集的组分于室温下氮吹浓缩近干,加入 1.0 mL 丙酮溶解定容,供气相色谱测定。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱参考条件

- 色谱柱:HP-5,柱长 30 m,内径 250 μm ,膜厚 0.25 μm ,或相当者;
- 载气:氮气,纯度 $\geq 99.99\%$,流速 1.5 mL/min;
- 尾吹气:氮气,纯度 $\geq 99.99\%$,流速 60 mL/min;
- 氢气:流速 75 mL/min;
- 空气:流速 100 mL/min;

- f) 色谱柱温度:初始温度为 180℃,保持 1 min,以 10℃/min 的速率升高到 280℃,保持 5 min;
- g) 进样口温度:250℃;
- h) 检测器温度:200℃;
- i) 进样量:1 μL;
- j) 进样方式:不分流进样。

7.3.2 色谱测定

根据样液中巴毒磷含量情况,选定峰面积与样液相近的标准工作溶液。标准工作液和样液中巴毒磷的响应值均应在仪器检测的线性范围内。标准工作液与样液应等体积参插进样测定。在上述色谱条件下,巴毒磷的保留时间约为 6.67 min。巴毒磷标准物质的气相色谱图参见附录 A,外标法定量。

7.4 气相色谱—质谱确证

7.4.1 气相色谱—质谱参考条件

- a) 色谱柱:Rtx-5MS,柱长 30 m,内径 250 μm,膜厚 0.25 μm,或相当者;
- b) 载气:氦气,纯度≥99.99%,流速 1.5 mL/min;
- c) 色谱柱温度:180℃;
- d) 程序升温:初始温度为 180℃,保持 1 min,以 10℃/min 的速率升高到 280℃,保持 5 min;
- e) 进样口温度:250℃;
- f) 色谱—质谱接口温度:280℃;
- g) 进样量:1 μL;
- h) 进样方式:无分流,1 min 后开阀;
- i) 电离能量:70 eV;
- j) 电离方式:EI;
- k) 测定方式:离子监测方式;
- l) 监测离子(m/z):193、166、127、105;
- m) 溶剂延迟:3 min。

7.4.2 质谱确证

如果样液与标准品溶液的气相色谱图中,在相同保留时间有峰出现,则可用质谱对其确证。对标准溶液及样液均按 7.4.1 规定的条件进行测定。

7.5 空白实验

除不加试样外,均按 7.1~7.4 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)计算试样中巴毒磷的含量。

$$X_i = \frac{A_i \times C_i \times V}{A_{is} \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_i ——试样中巴毒磷残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i ——样液中巴毒磷的峰高或峰面积;

C_i ——标准工作液中巴毒磷的浓度,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_{is} ——标准工作液中巴毒磷的峰高或峰面积;

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

本方法巴毒磷的定量限为 0.01 mg/kg。

10.2 回收率

当添加水平为 0.01 mg/kg、0.05 mg/kg、0.1 mg/kg 时,巴毒磷的添加回收率参见附录 D。



附录 A
(资料性附录)
标准品气相色谱图

巴毒磷标准品气相色谱图见图 A.1。

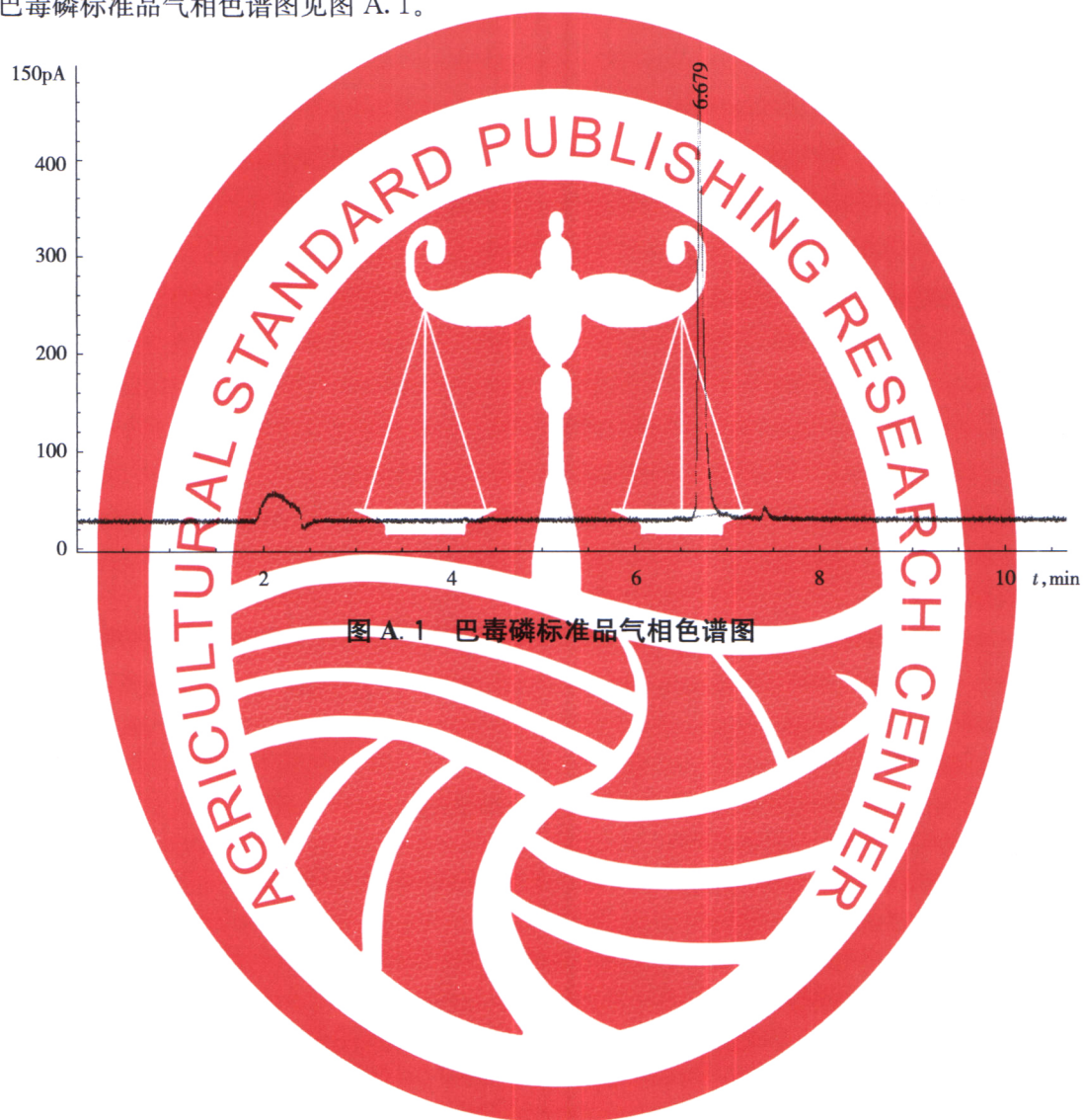


图 A.1 巴毒磷标准品气相色谱图

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, %
$C \leq 0.001$	36
$0.001 < C \leq 0.01$	32
$0.01 < C \leq 0.1$	22
$0.1 < C \leq 1$	18
$C > 1$	14

附 录 C
(规范性附录)
实验室间再现性要求

实验室间再现性要求见表 C.1。

表 C.1 实验室间再现性要求

被测组分含量(C),mg/kg	精密度,%
$C\leq 0.001$	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)
本方法添加浓度及回收率

本方法添加浓度及回收率见表 D. 1。

表 D. 1 本方法添加浓度及回收率

样品名称	添加浓度,mg/kg	回收率,%	变异系数,%
猪肉	0.010	73.0~96.0	9.02
	0.050	79.4~98.8	7.22
	0.100	89.5~101.3	4.11
香肠	0.010	71.0~86.0	7.02
	0.050	81.0~94.0	4.89
	0.100	84.5~103.3	7.23
罐装午餐肉	0.010	71.0~101.0	10.47
	0.050	74.6~99.5	9.65
	0.100	75.6~94.6	6.96

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 巴 毒 磷 残 留 量 的 测 定
气 相 色 谱 法

GB 23200.78—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 1 字数 20 千字

2017 年 6 月第 1 版 2017 年 6 月北京第 1 次印刷

书号: 16109·4122

定价: 24.00 元



GB 23200.78—2016

版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 65005894