
GB

中华人民共和国国家标准

GB 23200.79—2016

代替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

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
国家食品药品监督管理总局

发布

前 言

本标准代替 SN/T 0675-2011《出口肉及肉制品中定菌磷残留量检验方法 气相色谱法》。

本标准与 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“其它食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/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，其它食品可参照执行。

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，仅所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，贮于干燥器中，冷却后备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 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

4.3.1 吡菌磷标准物质（pyrazophos；分子式： $C_{14}H_{20}N_3O_5PS$ ；CAS No.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 的标准贮备液。

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 0.0001 g。
- 5.4 离心机。
- 5.5 旋转蒸发仪。
- 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附录A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℃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，合并两次提取液，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℃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×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×0.32 mm (i.d.)，膜厚 0.25 μm，或相当者。
- b) 色谱柱温度：初始温度 220℃，保持 10 min；以 10℃/min 的速率升至 250℃，保持 7 min。
- c) 载气 (N₂)：1.5 mL/min。
- d) 氢气 (H₂)：75 mL/min。
- e) 空气：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，均按上述测定步骤进行。

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：

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

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（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

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）。

注：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，保留两位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下获得的两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。

9.2 在再现性条件下获得的两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D的要求。

10 定量限和回收率

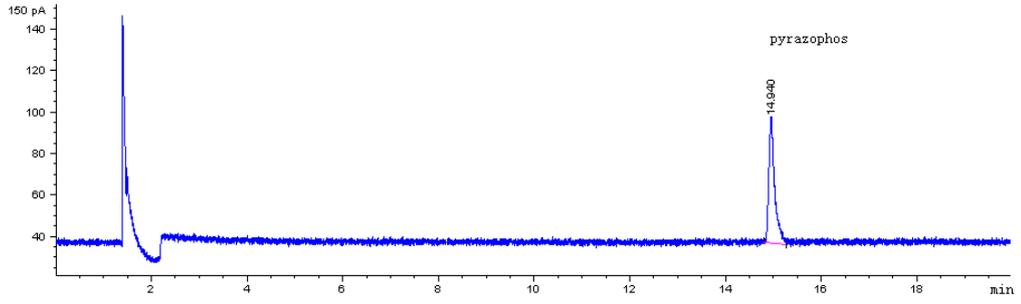
10.1 定量限

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0.01mg/kg、0.02mg/kg、0.05mg/kg时，吡菌磷的添加回收率参见附录B。

附录 A
(资料性附录)
吡菌磷标准品气相色谱图



图A.1吡菌磷标准品气相色谱图

附录 B
(资料性附录)

表B.1 三种基质样品的添加回收率和精密度

基质名称	添加水平/ (mg/kg)	回收率范围/ (%)	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

附 录 C
(规范性附录)
实验室内重复性要求

表 C.1 实验室内重复性要求

被测组分含量 mg/kg	RSD %
≤ 0.001	36
$> 0.001 \leq 0.01$	32
$> 0.01 \leq 0.1$	22
$> 0.1 \leq 1$	18
> 1	14

附 录 D
(规范性附录)
实验室间重复性要求

表 D.1 实验室间重复性要求

被测组分含量 mg/kg	RSD %
≤ 0.001	54
$> 0.001 \leq 0.01$	46
$> 0.01 \leq 0.1$	34
$> 0.1 \leq 1$	25
> 1	19