



中华人民共和国国家标准

GB 23200.80—2016

食品安全国家标准 肉及肉制品中双硫磷残留量的检测方法

National food safety standards—
Determination of temephos residue in meat and meat products

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 0709—2012《出口肉及肉制品中双硫磷残留量检测方法》。与 SN/T 0709—2012 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”;
- 删除了抽样步骤;
- 自制弗罗里硅土柱改为商品化柱。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN 0709—1997、SN/T 0709—2012。

食品安全国家标准

肉及肉制品中双硫磷残留量的检测方法

1 范围

本标准规定了出口肉及肉制品中双硫磷残留量的气相色谱—质谱测定方法。

本标准适用于出口猪肉中双硫磷残留量的测定,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

试样中残留的双硫磷用乙腈—甲醇混合液(4+1,体积比)提取,提取液用三氯甲烷萃取,三氯甲烷经浓缩至干,残渣用正己烷溶解,溶液过弗罗里硅土柱净化。用乙酸乙酯—正己烷混合液(3+7,体积比)洗脱,洗脱液经浓缩后用正己烷定容,溶液供气相色谱—质谱法测定,外标法定量。

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 乙腈(C_2H_3N):农残级。

4.1.2 甲醇(CH_3O):农残级。

4.1.3 三氯甲烷($CHCl_3$):农残级。

4.1.4 乙酸乙酯($C_4H_8O_2$):农残级。

4.1.5 正己烷(C_6H_{14}):农残级。

4.1.6 无水硫酸钠(Na_2SO_4):650℃灼烧 4 h,储于密封容器中,冷却后备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 硫酸钠溶液:5%水溶液。

4.2.2 乙腈—甲醇混合液(4+1,体积比):取 400 mL 乙腈,加入 100 mL 甲醇,摇匀备用。

4.2.3 乙酸乙酯—正己烷混合液(3+7,体积比):取 300 mL 乙酸乙酯,加入 700 mL 正己烷,摇匀备用。

4.3 标准品

双硫磷标准物质:纯度 $\geq 98.0\%$ 。

4.4 标准溶液配制

双硫磷标准溶液:准确称取适量的双硫磷标准品,用少量苯溶解。然后,用正己烷配制成浓度为 2.0 mg/mL 的标准储备液,在冰箱冷藏保存。根据需要,再用正己烷稀释成适当浓度的标准工作溶液。

4.5 材料

弗罗里硅土柱:4 g。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱—质谱联用仪,配电子轰击离子源(EI源)。
- 5.2 分析天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。
- 5.3 离心机。
- 5.4 捣碎机。
- 5.5 旋转蒸发器。
- 5.6 微量注射器:10 μL 。
- 5.7 涡旋振荡器。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

取代表性样品约 1 000 g,经粉碎机粉碎、混匀,均分成 2 份,分别装入洁净容器内作为试样,密封,并标明标记。

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,必须防止样品污染或发生残留物含量的变化。

7 分析步骤

7.1 提取

称取约 10 g 试样(精确至 0.1 g)于锥形瓶中,加入 50 mL 乙腈—甲醇混合液(4+1,体积比),振荡 30 min。以 4 000 r/min 离心 15 min,移取上清液于一分液漏斗中。再分 3 次,每次用 25 mL 甲醇洗涤试样,洗液与前述上清液合并于同一分液漏斗中。

7.2 净化

在上述分液漏斗中加入 100 mL 硫酸钠水溶液及 50 mL 三氯甲烷,振荡 5 min。静置分层后,将下层三氯甲烷溶液经放有无水硫酸钠的漏斗流入一烧瓶中。再分别用 50 mL 三氯甲烷提取 2 次,合并三氯甲烷提取液,在旋转蒸发器上浓缩至干,加入 5 mL 正己烷以溶解残渣。用 20 mL 正己烷预淋洗弗罗里硅土柱,弃去流出液。将上述溶液倒入柱内,并用 10 mL 正己烷分多次洗涤烧瓶,倒入柱内,弃去流出液。最后,用乙酸乙酯—正己烷混合液(3+7,体积比)洗脱,收集洗脱液 50 mL 于梨形瓶中。用旋转蒸发器浓缩至近干,用正己烷定容至 1 mL 为试样,供气相色谱—质谱测定。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱—质谱参考条件

测定条件如下:

- a) 色谱柱:HP-5MS(5%苯基二甲基聚硅氧烷)石英毛细管柱,30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm ,或相当者;
- b) 载气:氦气,纯度 $\geq 99.999\%$;流速 1.0 mL/min;
- c) 色谱柱温度:初始温度 100 $^{\circ}\text{C}$,以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速度升至 280 $^{\circ}\text{C}$,保持 15 min;
- d) 进样口稳定:250 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 进样量:1 μL ;
- f) 进样方式:不分流进样,1 min 后开阀;
- g) 离子源:EI;
- h) 离子源温度:200 $^{\circ}\text{C}$;

- i) 接口温度:280℃;
- j) 测定方式:选择离子监测方式,选择监测离子(m/z):466、467、434、125。

7.3.2 色谱测定与确证

根据样液中双硫磷的含量,选定浓度相近的标准工作溶液,待测样液中双硫磷的响应值应在仪器检测的线性范围内。对标准工作溶液及样液等体积参插进样测定。在上述仪器条件下(7.3.1),双硫磷保留时间约为 18.02 min。标准溶液及样液均按 7.3.1 规定的条件进行测定,如果样液中与标准溶液在相同保留时间出峰,则对其进行确证。经确证分析被测物质色谱峰保留时间与标准物质一致,并且在扣除背景后的样品质谱图中,所选择的离子均出现;同时所选择离子的相对离子丰度与标准物质相关离子的相对离子丰度一致,相对离子丰度在允许偏差范围内(见表 1),被确证的样品可判定为双硫磷阳性检出。在 7.3.1 规定条件下,双硫磷标准溶液的气相色谱—质谱的总离子流色谱图 and 全扫描质谱图参见图 A.1 和图 A.2。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

单位为百分率

相对丰度(基峰)	>50	20~50(含)	10~20(含)	≤10
允许的相对偏差	±20	±25	±30	±50

7.4 空白实验

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

按式(1)计算试样中双硫磷的含量。

$$X = \frac{c \times V}{1000 \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X ——样品中双硫磷的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——标准曲线查得双硫磷的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——样品稀释后的总体积,单位为升(L);
- m ——样品质量,单位为克(g);
- 1 000——换算系数。

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

本方法双硫磷的定量限为 0.1 mg/kg。

10.2 回收率

当添加水平在 0.1 mg/kg~1.0 mg/kg 范围时,双硫磷的添加回收率为 83.6%~103.2%。

附录 A
(资料性附录)
双硫磷标准溶液谱图

A.1 双硫磷标准溶液的总离子流色谱图

见图 A.1。

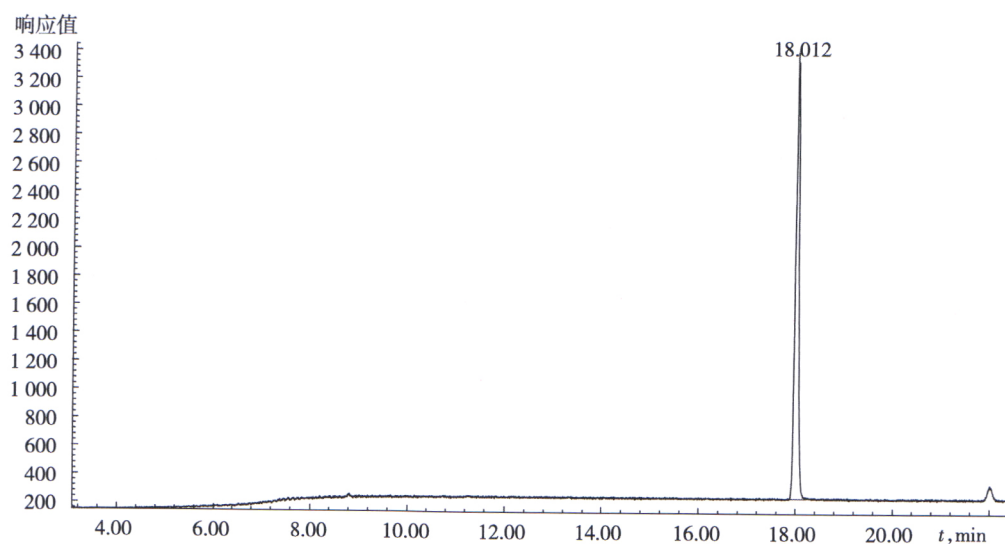


图 A.1 双硫磷标准溶液的总离子流色谱图

A.2 双硫磷标准溶液的全扫描质谱图

见图 A.2。

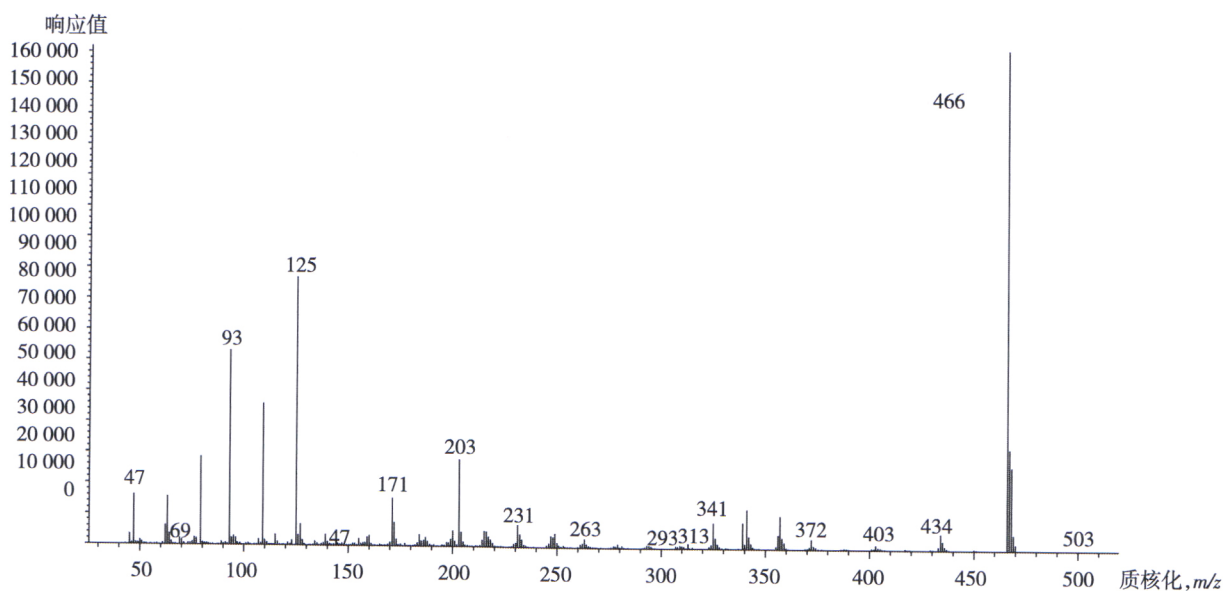


图 A.2 双硫磷标准溶液的全扫描质谱图

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) %
$C \leq 0.001$	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(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

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 双 硫 磷 残 留 量 的 检 测 方 法
GB 23200.80—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: 16109·4124

定 价: 18.00 元



GB 23200.80—2016

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