

ICS 点击此处添加 ICS 号
点击此处添加中国标准文献分类号

GB

中华人民共和国国家标准

GB 23200.82—2016

代替SN 0705—1997

食品安全国家标准
肉及肉制品中乙烯利残留量的检测方法

National food safety standards—

Determination of ethephon residues in meats 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
国家食品药品监督管理总局

发布

前 言

本标准代替SN 0705-1997 《进出口进出口肉及肉制品中乙烯利残留量检测方法》。

本标准与SN 0705-1997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 0705-1997。

食品安全国家标准

肉及肉制品中乙烯利残留量的检测方法

1 范围

本标准规定了肉及肉制品中乙烯利残留量检测的试样制备和气相色谱测定方法。
本标准适用于猪肉、牛肉、鸡肉等中乙烯利残留量的检测，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

试样中的乙烯利残留用甲醇提取，提取液经冷冻除去脂肪和蜡质，然后浓缩，待测物再用乙醚提取并经重氮甲烷衍生化，使乙烯利衍生成二甲基乙烯利后，用配有氮磷检测器的气相色谱仪测定，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 氢氧化钾（KOH）：分析纯。

4.1.2 甲醇（CH₃OH）：重蒸馏。

4.1.3 N-甲基-N-亚硝基-对甲苯磺酰胺（C₈H₁₀N₂O₃S）。

4.1.4 无水乙醇（CH₃CH₂OH）。

4.1.5 无水乙醚（C₄H₁₀O）：重蒸馏。

4.1.6 无水硫酸钠（Na₂SO₄）：650℃灼烧4 h，置于密封容器中备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 甲醇-盐酸（38%）溶液（90+10）。

4.2.2 重氮甲烷溶液：将盛有氢氧化钾水溶液（0.6 g/mL）10 mL、乙醇 35 mL 及乙醚 10 mL 的混合液的双口蒸馏瓶置于磁力搅拌器加热板上的水浴中。将搅拌子放入瓶中，接上滴液漏斗和高效冷凝器，冷凝器后串联两个 125 mL 的烧瓶作为接收瓶。在第二个烧瓶中放有 10 mL 乙醚，且将入口管插到乙醚液面以下。将这两个接收瓶置于冰水浴中。将水浴加温至 70℃，边用磁力搅拌器搅拌，边从滴液漏斗中滴加 N-甲基-N-亚硝基-对甲苯磺酰胺的乙醚溶液（21.5 g/140 mL）。滴完全部溶液的时间控制在 20 min 以上，当蒸馏液呈淡黄色时，停止蒸馏。将两个接收瓶中的液体合并，作为重氮甲烷溶液。如果含杂质太多可再重蒸馏。此溶液密闭置于冰箱中保存，保存期为一个月。

4.3 标准品

4.3.1 乙烯利标准品：纯度≥99%

4.4 标准溶液配制

4.4.1 乙烯利标准溶液：准确称取适量的乙烯利标准品，用甲醇配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液，根据需要再用甲醇稀释标准储备液以制备适当浓度的标准工作液。注：配制标准溶液时，均应使用聚乙烯器皿。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱并配有氮磷检测器。

5.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。

5.3 快速混合器。

- 5.4 离心机：6000 r/min。
 5.5 聚乙烯烧瓶：100 mL 具塞。
 5.6 聚乙烯烧杯：250 mL。
 5.7 微量注射器：10 μ L 或 5 μ L。
 5.8 超声波浴。

6 分析步骤

6.1 提取

称取约20 g试样（精确至0.1 g）于聚乙烯烧杯中加入甲醇-盐酸（90+10）溶液0.5 mL和甲醇40 mL，于超声波浴中提取5 min。转入离心管离心(6000 r/min)2 min后，用聚乙烯管将上部清液吸入具塞100 mL聚乙烯烧瓶中。残渣再用40 mL甲醇按上述步骤提取一次，合并提取液于同一聚乙烯烧瓶中。

6.2 净化

将盛有甲醇提取液的聚乙烯烧瓶，放入-18 $^{\circ}$ C以下的冰柜中冷冻4 h。取出后迅速转入离心管中离心(6000 r/min)5 min。将上层清液倾入用二甲基二氯硅烷处理过的250 mL 心形瓶中。剩下的残渣用2 mL 冷冻过的甲醇洗涤，洗液转移到同一心形瓶中。用旋转蒸发器在30-35 $^{\circ}$ C水浴上浓缩至约60 mL。将浓缩液转移到用二甲基二氯硅烷处理过的100 mL 容量瓶中。用少量甲醇洗涤心形瓶，洗液并入容量瓶内。用甲醇定容。

6.3 衍生化

吸取10.0 mL 上述溶液，放入15 mL 具塞刻度离心管中，在干燥氮气流下于30-35 $^{\circ}$ C水浴中浓缩至约1.5 mL。加入0.5 mL 甲醇-盐酸溶液（90+10）和8 mL 无水乙醚，充分混合，放置10 min。将上层清液倾入另一个具塞刻度管中，用2 \times 1 mL 无水乙醚洗涤残渣。洗液并入上述清液中。于氮气流下在30-35 $^{\circ}$ C水浴上浓缩至约1 mL。在通风柜内，向浓缩液里滴加重氮甲烷溶液，直至黄色不褪为止。盖严塞子，放置15 min。用氮气流把过量的重氮甲烷吹除。再用2 \times 5 mL 水洗涤，每次离心(6000 r/min) 2 min，弃去下层水相。用氮气流在30-35 $^{\circ}$ C水浴中浓缩至约0.8 mL，用无水乙醚稀释到1.00 mL。溶液经用约0.5 g 无水硫酸钠脱水后供气相色谱测定。

6.4 标准溶液的衍生化

取适量的乙烯利标准工作液，置于100 mL 具塞聚乙烯烧瓶里，加入重氮甲烷溶液，直至黄色不褪为止。盖严塞子，放置15 min。用氮气流把过量的重氮甲烷吹除，这时溶液变为无色。将烧瓶置于30-35 $^{\circ}$ C水浴中在氮气流下浓缩至近干，用无水乙醚溶解残渣并稀释至所取标准工作液的同样体积。

6.5 测定

6.5.1 气相色谱参考条件

- 色谱柱：不锈钢柱，2m \times 3 mm（内径），填充物为3%（m/m）FFAP 涂于 Chromosorb G，AW，DMCS(60-80 目)；
- 载气：氮气，纯度 \geq 99.9% ，50 mL/min
- 氢气：4 mL/min；。
- 空气：175 mL/min
- 色谱柱温度：145 $^{\circ}$ C
- 进样口温度：230 $^{\circ}$ C
- 检测器温度：300 $^{\circ}$ C
- 进样量：1 μ L

6.5.2 色谱测定与确证

根据试样中被测农药含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液，标准工作溶液和待测样液中农药衍生化物的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对标准溶液与样液应等体积参插进样测定。在上述色谱图条件下，乙烯利衍生物（二甲基乙烯利）的保留时间约1.6min。标准品衍生化物的色谱图见附录A 中图A1。

6.6 空白实验

除不称取试样外，均按上述测定步骤进行。

7 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按下式计算试样中各苯酰胺类农药的含量：

$$X = \frac{h \cdot c \cdot V}{h_s \cdot m}$$

式中：

X ——试样中乙烯利残留含量，mg/kg；

h ——样液中二甲基乙烯利的色谱峰高，mm；

h_s ——标准工作液中二甲基乙烯利的色谱峰高，mm；

c ——标准工作液中乙烯利的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——样液最终定容体积，mL；

m ——最终样液所代表的试样量，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。

8 精密度

8.1 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B的要求。

8.2 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C的要求。

9 定量限和回收率

9.1 定量限

本方法乙烯利的定量限为 0.01 mg/kg。

9.2 回收率

当添加水平为 0.01 mg/kg、0.1 mg/kg、1 mg/kg 时，乙烯利的添加回收率为 84.6–90.2%。

附录 A
(提示的附录)
标准品色谱图

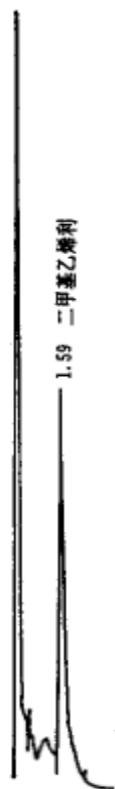


图 A1 乙烯利标准品的衍生物（二甲基烯利）气相色谱图

附 录 B
(规范性附录)
实验室内重复性要求

表 B.1 实验室内重复性要求

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

附 录 C
(规范性附录)
实验室间再现性要求

表 C.1 实验室间再现性要求

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