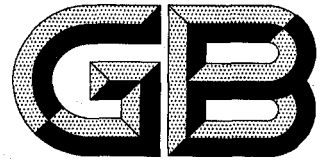


ICS 67.120.10
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20797—2006

肉与肉制品中喹乙醇残留量的测定

Determination of olaquinox in meat and meat products

2006-11-28 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准主要参考日本《畜水产食品中残留物质检查法》和 SN 0197—1993《出口肉及肉制品中喹乙醇残留量检测方法》。

本标准由中国商业联合会提出并归口。

本标准由农业部农产品质量监督检验测试中心(北京)、商务部屠宰技术鉴定中心负责起草。

本标准主要起草人:石阶平、林燕、马丽艳、王贵际、张新玲、刘虎成、吴广枫、赵坤霞、唐小草。

肉与肉制品中喹乙醇残留量的测定

1 范围

本标准规定了肉与肉制品中的喹乙醇残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于肉与肉制品中的喹乙醇残留量的测定。

2 原理

用乙腈和水提取样品中的喹乙醇,提取液经液液净化后,浓缩,定容作为待测溶液,取一定量注入高效液相色谱仪,经分离,用紫外检测器检测,与标准比较定量。

3 试剂与仪器、设备

3.1 试剂

3.1.1 水:三级水。

3.1.2 乙腈:分析纯。

3.1.3 乙腈:色谱纯。

3.1.4 正己烷:分析纯,重蒸馏,用乙腈饱和。

3.1.5 喹乙醇标准品:纯度99%以上。

3.1.6 喹乙醇标准溶液:精确称取喹乙醇标准品10 mg用甲醇溶解并定容至100 mL,配成浓度为0.100 mg/mL的标准储备溶液,使用时逐级稀释成适当浓度的标准工作溶液。

3.2 仪器和设备

3.2.1 高效液相色谱仪:附紫外检测器。

3.2.2 组织捣碎机。

3.2.3 离心机:3 000 r/min~5 000 r/min。

3.2.4 旋转蒸发器。

4 分析步骤

4.1 抽样

4.1.1 零散样品

若成堆产品,则在堆放空间的四角和中间设采样点,每点从上、中、下三层取若干小块混为一份样品;若零散样品,则随机从3~5片胴体上取若干小块混为一份样品。每份500 g~1 500 g。

4.1.2 检验批

以不超过5 000箱为一检验批。同一检验批内商品应具有同一特征,如包装、标记、产地、规格、等级等。

4.1.3 抽样数量

4.1.3.1 肉

- a) 500箱及以下取5箱;
- b) 501~1 000箱取7箱;
- c) 1 001~3 000箱取11箱;
- d) 3 001~4 000箱取13箱;
- e) 4 001~5 000箱取15箱。

4.1.3.2 罐头

- a) 500 箱及以下取 5 箱；
- b) 501~1 000 箱取 7 箱；
- c) 1 001~3 000 箱取 11 箱；
- d) 3 001~4 000 箱取 13 箱；
- e) 4 001~5 000 箱取 15 箱。

4.1.4 抽样工具及方法

4.1.4.1 肉

每箱取样一包,去掉塑料薄膜,从每包肉样中抽取肉块不少于 25 g,总样量不少于 1 kg,放入清洁的容器内,填写标签,注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人,并及时送交实验室。

4.1.4.2 罐头

每箱取一罐,填写标签,注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人,及时送交实验室。

4.2 试样制备

4.2.1 肉

将所取全部样品,充分搅碎混匀,取有代表性的样品,总量不少于 500 g,装入清洁容器内,密封,冷藏。

4.2.2 罐头

将所取全部样品整罐倒出,充分搅碎混匀,取有代表性的样品,总量不少于 500 g,装入清洁容器内,密封,冷藏。

注:在抽样和制样的操作中,应防止样品受到污染或发生任何变化,以保证实验样品能代表总体样本。

4.3 提取和净化

准确称取混合均匀的样品 20.00 g(精确到 0.01 g)置于组织捣碎机中加入 80 mL 乙腈和 20 mL 水,捣碎后将样品离心,将上清液倒入 500 mL 分液漏斗中,向残留物中加入 50 mL 乙腈,同样均质、离心后,将上清液合并到分液漏斗中,加入 100 mL 正己烷,振摇 5 min,静置分层。将乙腈层转移到 250 mL 旋转蒸发瓶中,再用 20 mL 乙腈清洗正己烷层,将乙腈层合并于旋转蒸发瓶中。60℃ 水浴将乙腈蒸至约 1 mL,用流动相定容至 5 mL,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后供色谱测定。

4.4 测定

4.4.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱:QDS C₁₈ 3.9 mm×150 mm;
- b) 流动相:乙腈+水(10+90);
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 温度:35℃;
- e) 检测器:紫外检测器;
- f) 检测波长:380 nm。

4.4.2 测定

根据液相色谱仪灵敏度,取标准系列各浓度 20 μL 分别注入液相色谱仪,测得该浓度标准溶液的峰面积(峰高)。以标准溶液浓度(μg/mL)为横坐标,峰面积(峰高)为纵坐标绘制标准曲线。

取样品溶液 20 μL 注入液相色谱仪,测得啞乙醇的峰面积(峰高)。从标准曲线中查出相应的浓度(μg/mL)。

4.5 结果计算

采用外标法用峰面积(峰高)定量,按式(1)计算啞乙醇残留量:

$$X = \frac{c \times V_0 \times V \times 1\,000}{m \times V_1 \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——样品中噻乙醇残留量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c ——样品峰在标准曲线中查得的相应浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——样品最终定容体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——标准溶液进样体积，单位为微升(μL)；

V_1 ——样品溶液进样体积，单位为微升(μL)；

m ——样品质量，单位为克(g)；

1 000——单位换算系数。

5 允许差

本方法允许差 $\leq 10\%$ 。

6 最低检出限和回收率

6.1 最低检出限

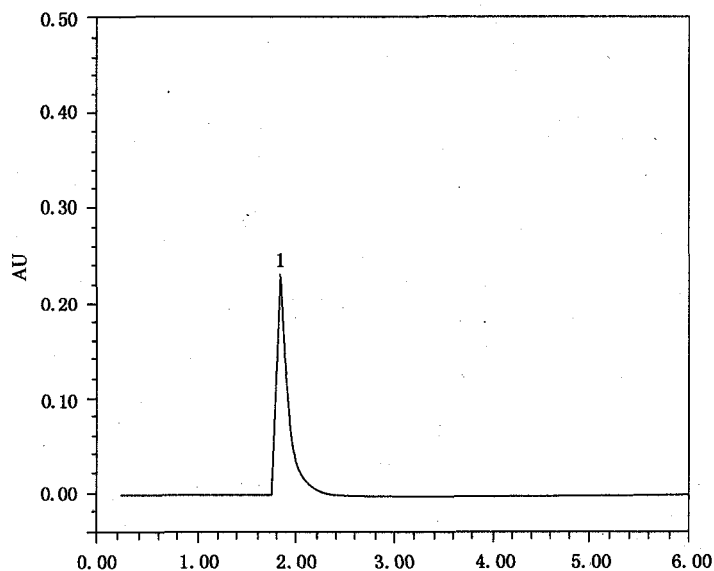
本方法的最低检出限为 0.04 mg/kg。

6.2 回收率

本方法的回收率在 70%~86%之间。

7 液相色谱图

色谱图见图 1。



1——噻乙醇标准色谱峰。

图 1 噻乙醇标准色谱图