



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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
肉与肉制品中喹乙醇残留量的测定
GB/T 20797—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

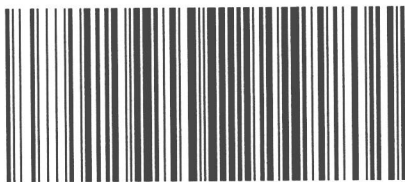
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2007 年 3 月第一版 2007 年 3 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-29033 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 20797-2006

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、唐小革。



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: ODS 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，测得喹乙醇的峰面积(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)计算喹乙醇残留量：

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

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

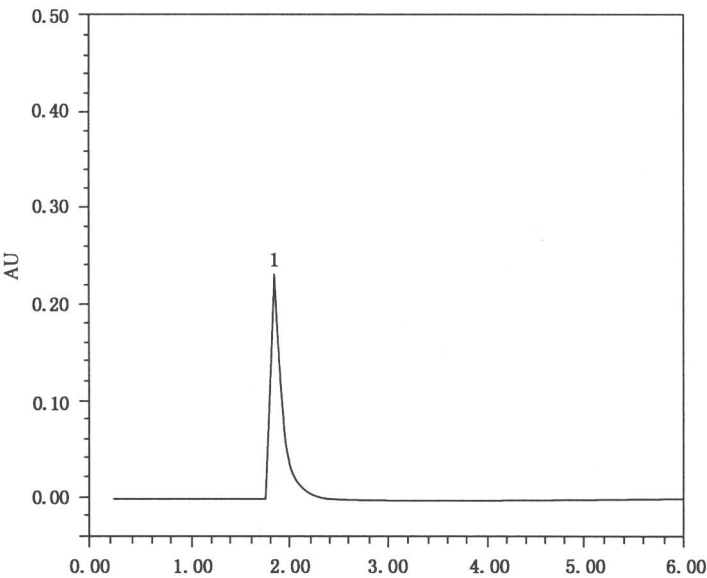
本方法的最低检出限为 0.04 mg/kg。

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