

GB

中华人民共和国国家标准

GB 23200.105—2016

SN/T 0122—2011

食品安全国家标准 肉及肉制品中甲萘威残留量的测定 液相色谱-柱后衍生荧光检测法

National food safety standards—

Determination of carbaryl residue in meat and meat products

HPLC-fluoresce detector with post column derivation

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

SN/T 0122-2011

-

SN/T 0122-2011

—

—

—

“

”

“

”

”

”

—SN 0122-1992

—SN/T 0122-2011

食品安全国家标准

肉及肉制品中甲萘威残留量的测定

液相色谱-柱后衍生荧光检测法

1 范围

2 规范性引用文件

GB 2763-2014
GB/T 6682-2008

3 原理

4 试剂和材料

GB/T 6682

4.1 试剂

- 4.1.1 CH_3CN
- 4.1.2 $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$
- 4.1.3 C_6H_{12} :
- 4.1.4 CH_3COCH_3
- 4.1.5 30 60
- 4.1.6 Na_2SO_4 650 4 h
- 4.1.7 NaCl
- 4.1.8
- 4.1.9 $\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_2$ O-Phthal aldehyde, OPA
- 4.1.10 $\text{C}_2\text{H}_6\text{OS}$ Thi ofl uor

4.2 溶液配制

- 4.2.1 NaOH 0.2% m/v 2 g NaOH 1000 mL
- 4.2.2 0.4% m/v
- 4.2.3 945 mL OPA () 10 min
100 mg OPA 10 mL OPA OPA 2 g
5 mL OPA
- 4.2.4 - 1+1, v/v 100 mL 100 mL

4.3 标准品

4.3.1 C₁₂H₁₁NO₂ CAS 63-25-2 >99.5 %

4.4 标准溶液配制

4.4.1 4 6

4

4.4.2 4

1 4

4.5 材料

4.5.1 0.45 μm

5 仪器和设备

5.1

5.2 0.01 g 0.0001 g

5.3

5.4

5.5

5.6

5.7

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

6.1.1 肉

500 g

6.1.2 罐头

500 g

GB 2763 A

6.2 试样保存

-18

7 分析步骤

7.1 提取

20 g 0.01 g , 100 mL 6 mL
 20 g 70% 6 mL 40 mL 1 min, 6 g
 30 mL 30 min 35 mL
 1 mL 2 mL - 3 - 5 mL 0.45 μm

7.2 凝胶色谱 (GPC) 净化

7.2.1 凝胶色谱净化参考条件

a 400 mm× 30 mm Bio Beads S-X3,

b -

- c 5.0 mL/min
 d 5 mL
 e 10.0 min~15.0 min
 f 5 min

7.2.2 凝胶色谱浓缩参考条件

- a 1
 b
 c 2 mL
 d 1 mL

7.2.3 凝胶色谱净化步骤

5 mL 7.2.1 7.2.2 1 mL

表1 馏分浓缩条件

			Torr
	1	50	280
	2	52	220
	3	54	210
	1	52	220
	2	53	220

7.3 测定**7.3.1 液相色谱参考条件**

- a) C₁₈ 250 mm× 4.6 mm× 5μ m
 b) 42
 c) _{ex} 330nm _{em} 465nm
 d) + 40+60
 e) 1.0 mL/min
 f) 20 L

7.3.2 柱后衍生

- a) 1 0.4% 0.4 mL/min
 b) 2 CPA 0.4 mL/min
 c) 100

7.3.3 色谱测定

11.1 min A A.1

7.3.4 空白试验**8 结果计算和表述**

1

$$X = \frac{A \times C_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots 1$$

X --- (mg/kg)
A ---
C_s --- (μg/mL)
V --- mL
A_s ---
m --- (g)

9 精密度

9.1

C

9.2

D

10 定量限、回收率

10.1 定量限

0.005 mg/kg

10.2 回收率

B

附录 A
(资料性附录)

甲萘威标准色谱图

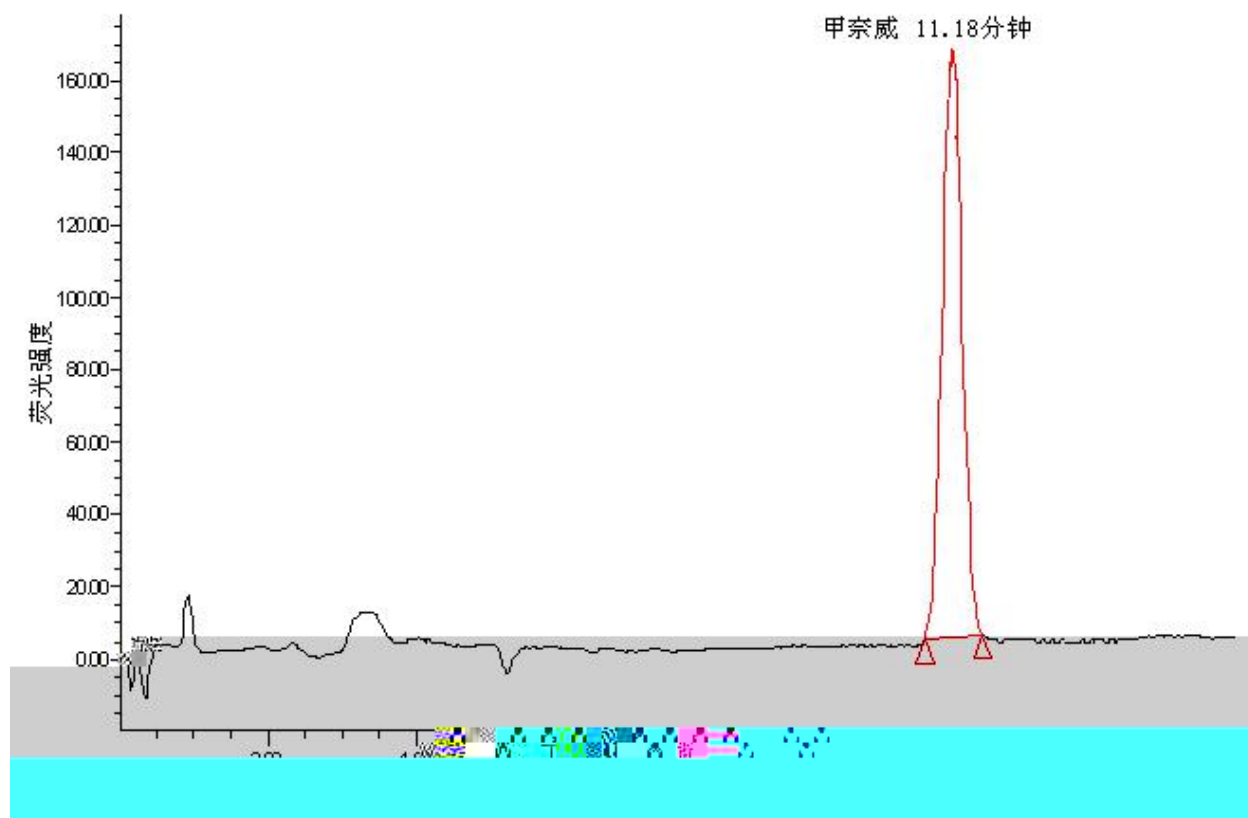


图 A.1 甲萘威标准的液相色谱图 (0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

附 录 B
(资料性附录)

样品的添加浓度及回收率的实验数据

表 B.1 样品的添加浓度及回收率的实验数据

	mg/kg	%		mg/kg	%
	0.005	82.0~110.0		0.005	90.0~96.0
	0.010	89.0~107.0		0.010	100.0~114.0
	0.020	94.0~112.5		0.020	97.0~115.5
	0.050	90.0~105.6		0.050	101.6~113.6
	0.100	92.0~111.2		0.100	92.5~107.3
	0.005	82.0~98.0		0.005	86.0~100.0
	0.010	86.0~99.0		0.010	85.0~96.0
	0.020	84.5~109.5		0.020	87.0~105.0
	0.050	90.6~98.0		0.050	88.6~94.6
	0.100	88.4~98.0		0.100	86.7~95.1
	0.005	86.0~96.0	/		
	0.010	89.0~97.0			
	0.020	95.5~112.5			
	0.050	92.0~97.2			
	0.100	85.9~95.0			
	5.000	87.7~102.5			

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

mg/kg	%
≤ 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)
实验室间再现性要求

表D.1 实验室间再现性要求

mg/kg	%
≤ 0.001	54
$0.001 \leq 0.01$	46
$0.01 \leq 0.1$	34
$0.1 \leq 1$	25
1	19
