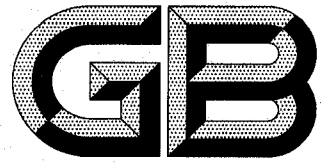


ICS 67.120.10
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20796—2006

肉与肉制品中甲萘威残留量的测定

Determination of carbaryl 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

本标准主要参考了美国官方分析化学师协会(AOAC)关于甲萘威的测定方法,并参考 SN 0122—1992《出口肉及肉制品中甲萘威残留量检测方法》。

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、马丽艳、林燕、王贵际、张新玲、刘虎成、吴广枫、赵坤霞、唐小革。

肉与肉制品中甲萘威残留量的测定

1 范围

本标准规定了肉与肉制品中的甲萘威残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于肉与肉制品中的甲萘威残留量的测定。

2 原理

用乙酸乙酯提取样品中的甲萘威残留物,经乙腈-石油醚液液净化后,浓缩、定容作为待测溶液,取一定量注入高效液相色谱仪,用紫外检测器检测,外标法定量。

3 试剂与仪器、设备

3.1 试剂

3.1.1 甲醇:色谱纯。

3.1.2 水:三级水。

3.1.3 乙腈:分析纯,用石油醚饱和。

3.1.4 石油醚:分析纯,重蒸馏,用乙腈饱和。

3.1.5 乙酸乙酯:分析纯。

3.1.6 无水硫酸钠:分析纯,650℃灼热4 h,贮于密闭容器内。

3.1.7 甲萘威标准品:纯度99%以上。

3.1.8 甲萘威标准溶液:精确称取甲萘威标准品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 振荡器。

3.2.4 旋转蒸发仪。

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片~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的特征,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)置于研钵中,加入 80 g~100 g 无水硫酸钠,研磨均匀后,移入 250 mL 具塞锥型瓶中,加入 100 mL 乙酸乙酯,振摇 30 min 后,滤取清液 50 mL 于旋转蒸发瓶中,50℃ 水浴将乙酸乙酯蒸干,用 30 mL 石油醚分次将残余物洗入分液漏斗中,然后分别用 25 mL、15 mL 乙腈提取两次,合并乙腈提取液转入另一分液漏斗中,用石油醚洗涤一次,将乙腈提取液移入旋转蒸发瓶中蒸干,用 5 mL 甲醇溶解,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柱 3.9 mm×150 mm;
- b) 流动相:甲醇+水(20+80);
- c) 流速:0.5 mL/min;
- d) 温度:室温;
- e) 检测器:紫外检测器;
- f) 检测波长:220 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,测得甲萘威的峰面积(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)计算甲萘威残留量。

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

式中：

- X——样品中甲萘威残留量,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(μg/mL);
- V——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- V₀——标准溶液进样体积,单位为微升(μL);
- V₁——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≤10%。

6 最低检出限和回收率

6.1 最低检出限

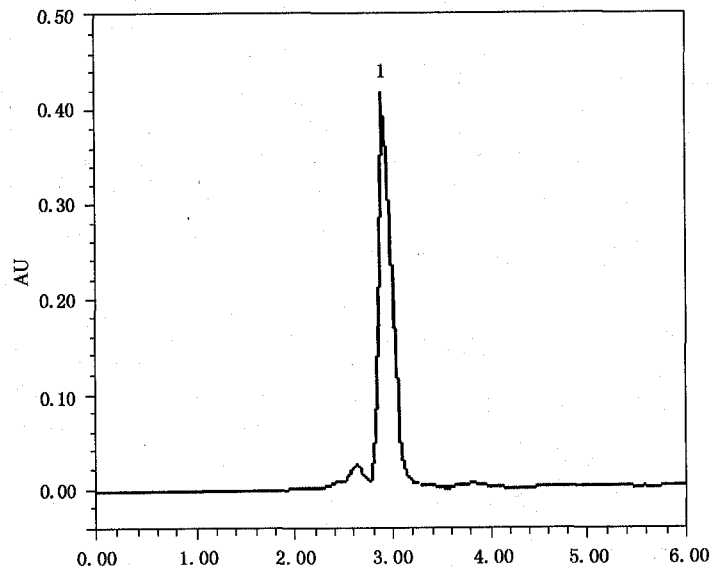
本方法的最低检出限为 0.03 mg/kg。

6.2 回收率

本方法的回收率在 69%~96%之间。

7 液相色谱图

液相色谱图见图 1。



1——甲萘威标准色谱峰。

图 1 甲萘威标准色谱图