



中华人民共和国国家标准

GB/T 23198—2008

动物源性食品中噁嗉酸 残留量的测定

Determination of oxolinic acid residues in animal original food

2008-12-31 发布

2009-05-01 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
动物源性食品中噁唑酸
残留量的测定
GB/T 23198—2008

*

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
2009 年 4 月第一版 2009 年 4 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-36390 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

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王敏、郭德华、李波、韩丽、邓晓军、杨惠琴。

动物源性食品中噁嗉酸 残留量的测定

1 范围

本标准规定了动物源性食品中噁嗉酸残留量的液相色谱测定方法。

本标准适用于水产品、禽肉、猪肉、牛肉中噁嗉酸残留量的测定。

本方法检测低限为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

样品经二氯甲烷提取,提取液浓缩后,残渣用稀盐酸溶液溶解。稀盐酸溶液中加入正己烷液液萃取,弃正己烷。再用二氯甲烷萃取稀盐酸溶液中的残留物,萃取液浓缩至干。残留物溶于甲醇中,用配有荧光检测器的高效液相色谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 一级水的标准。

- 4.1 甲酸:色谱纯。
- 4.2 乙腈:色谱纯。
- 4.3 甲醇:色谱纯。
- 4.4 正己烷。
- 4.5 二氯甲烷。
- 4.6 盐酸。
- 4.7 无水硫酸钠:650 $^{\circ}\text{C}$ 烘 4 h 备用。
- 4.8 海砂。
- 4.9 氢氧化钠。
- 4.10 盐酸溶液:1 mol/L。吸取盐酸 82.5 mL,用水稀释至 1 000 mL。
- 4.11 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 4.0 g 氢氧化钠,用水溶解并定容至 1 L。
- 4.12 1%甲酸水溶液:吸取甲酸 10.0 mL,用水稀释至 1 000 mL。
- 4.13 噁嗉酸标准物质:纯度大于等于 98.0%。
- 4.14 噁嗉酸标准储备溶液:100 mg/L。准确称取噁嗉酸标准物质 10.0 mg(精确至 0.1 mg),先加入 1 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液溶解,然后用甲醇溶解并定容至 100 mL,该标准储备液贮存于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中。可保存 1 个月。
- 4.15 噁嗉酸标准工作溶液:根据需要取适量标准储备溶液,用甲醇稀释成适当浓度的标准工作溶液。标准工作溶液现用现配。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪,配有荧光检测器。
- 5.2 组织捣碎机。
- 5.3 旋转蒸发器。
- 5.4 玻璃研钵。
- 5.5 砂芯漏斗。
- 5.6 层析柱:25 cm×2.0 cm(内径),用5.0 g无水硫酸钠装填。
- 5.7 蒸发瓶:150 mL。
- 5.8 分液漏斗:150 mL。
- 5.9 0.45 μm有机相针式过滤器:13 mm(直径)。

6 样品制备

6.1 提取

称取经捣碎成浆的试样约5 g(精确至0.01 g),置于玻璃研钵中,加入约2 g无水硫酸钠及1 g海砂,充分研磨成糊状。再用60 mL二氯甲烷分3次~4次研磨试样,将试样溶液通过砂芯漏斗过滤。收集滤液于鸡心瓶中,于40℃水浴旋转蒸发浓缩近干。

6.2 净化

用30 mL 1 mol/L盐酸溶液溶解上述残留物,转移至分液漏斗中,加入20 mL正己烷,振摇5 min静置分层。将下层盐酸溶液转移至另一分液漏斗中,加入30 mL二氯甲烷,振摇5 min,静置分层后,将二氯甲烷萃取液通过层析柱脱水,收集萃取液于鸡心瓶中。再加入30 mL二氯甲烷,重复以上操作。然后用10 mL二氯甲烷清洗层析柱,流出液合并至萃取液中,于40℃水浴旋转蒸发浓缩至干。残留物加1.0 mL甲醇溶解后,过0.45 μm滤膜,供液相色谱测定用。

7 液相色谱测定

7.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱:C₁₈,5 μm,250 mm×4.6 mm(内径)或相当者;
- b) 流动相:1%甲酸水溶液-乙腈(70+30);
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 检测器波长:激发波长312 nm,发射波长366 nm;
- e) 进样量:50 μL。

7.2 色谱测定

根据试样中噻嗪酸含量情况,选定峰面积相近的标准工作液,标准工作液和待测样液中噻嗪酸的响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作液和样液等体积参插进样测定。在上述色谱条件下,噻嗪酸的保留时间约为8 min,标准品色谱图参见附录A。

7.3 空白实验

除不称取试样外,均按上述测定步骤进行。

8 计算

用色谱数据处理机或按式(1)分别计算试样中噻嗪酸残留含量,计算结果需将空白值扣除。

$$X = \frac{A \cdot c \cdot V}{A_s \cdot m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中噁唑酸含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——样液中噁唑酸的色谱峰面积;

A_s ——标准工作液中噁唑酸的色谱峰面积;

c ——标准工作液中噁唑酸的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——最终样液所代表的试样量,单位为克(g)。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

附录 A
(资料性附录)
噻嗪酸标准溶液液相色谱图

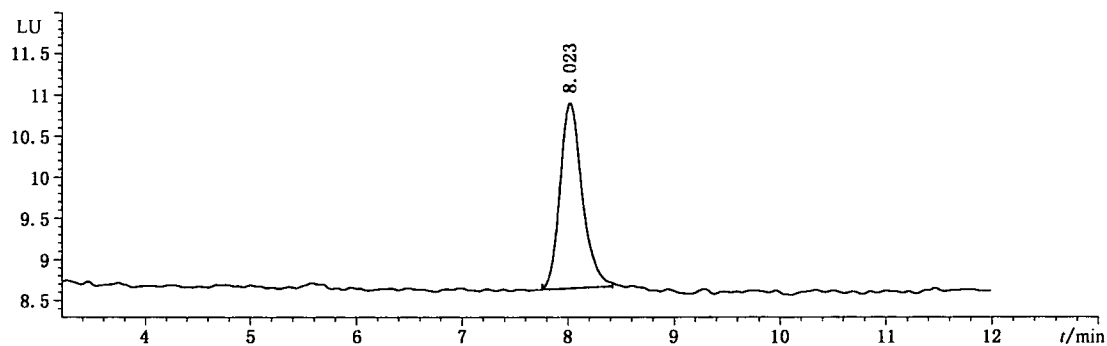


图 A.1 噻嗪酸标准溶液液相色谱图



GB/T 23198—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-36390

定价: 10.00 元