



# 中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

## 食品安全国家标准 动物性食品中地克珠利和托曲珠利砒残留 量的测定 液相色谱法

National food safety standard—

Determination of diclazuril and toltrazuril sulfone residues in foodstuffs of animal  
origin by liquid chromatography

(征求意见稿)

XXXXX-XX-XX发布

XXXXX-XX-XX实施

中华人民共和国农业农村部  
中华人民共和国国家卫生健康委员会  
国家市场监督管理总局

发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件系首次发布。

征求意见稿

# 食品安全国家标准

## 动物性食品中地克珠利和托曲珠利砒残留量的测定

### 液相色谱法

#### 1 范围

本文件规定了动物性食品中地克珠利和托曲珠利砒残留量检测的制样和液相色谱测定方法。

本文件适用于猪、牛、羊、兔和家禽的肌肉、肝脏、肾脏和脂肪中地克珠利和托曲珠利砒残留量的检测。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试样经乙腈提取，正己烷去脂，碱性氧化铝固相萃取柱净化，液相色谱测定，外标法定量。

#### 5 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

##### 5.1 试剂

5.1.1 乙腈 ( $\text{CH}_3\text{CN}$ )：色谱纯。

5.1.2 乙酸 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )：色谱纯。

5.1.3 乙腈 ( $\text{CH}_3\text{CN}$ )。

- 5.1.4 无水硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )。
- 5.1.5 正己烷 ( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ )。
- 5.1.6 N,N-二甲基甲酰胺 ( $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$ )。

## 5.2 溶液配制

- 5.2.1 95%乙腈溶液 (95:5, V:V)：取乙腈 950 mL，用水稀释至 1000 mL，混匀。
- 5.2.2 80%乙腈溶液 (80:20, V:V)：取乙腈 80 mL，用水稀释至 100 mL，混匀。
- 5.2.3 0.3%乙酸溶液：取乙酸 3.0 mL，用水稀释至 1000 mL，混匀。
- 5.2.4 乙腈-0.3%乙酸溶液 (1:1, V:V)：取乙腈 50 mL，加 0.3%乙酸溶液 50 mL，混匀。

## 5.3 标准品

地克珠利 (Diclazuril,  $\text{C}_{17}\text{H}_9\text{Cl}_{13}\text{N}_4\text{O}_2$ , CAS 号:101831-37-2)，含量 $\geq$ 97.0%。

托曲珠利砒 (Toltrazuril sulfone,  $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{O}_8\text{F}_3\text{S}$ , CAS 号:69004-04-2)，含量 $\geq$ 97.0%。

## 5.4 标准溶液的制备

- 5.4.1 标准储备液 (0.25 mg/mL)：称取地克珠利、托曲珠利砒对照品各约 25 mg，精密称定，用 N,N-二甲基甲酰胺 50 mL 溶解，加乙腈稀释并定容至 100 mL 容量瓶中。配制成浓度为 0.25 mg/mL 的标准储备液。 $-20\text{ }^\circ\text{C}$  保存，有效期 9 个月。
- 5.4.2 混合标准工作液 (50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )：准确量取各标准储备液 10 mL，用乙腈-0.3%乙酸溶液稀释并定容至 50 mL 容量瓶中，配置成浓度为 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准工作液。 $4\text{ }^\circ\text{C}$  保存，有效期 3 个月。

## 5.5 材料

- 5.5.1 碱性氧化铝固相萃取柱：2 g/12 mL，或相当者。
- 5.5.2 针头式过滤器通用型滤膜：尼龙材质，孔径 0.45  $\mu\text{m}$ ，或性能相当者。
- 5.5.3 陶瓷均质子。

## 6 仪器和设备

- 6.1 液相色谱仪：配紫外检测器。
- 6.2 分析天平：感量 0.000 01 g 和感量 0.01 g。
- 6.3 氮吹仪（带控温）。

- 6.4 固相萃取装置。
- 6.5 旋涡混合器。
- 6.6 离心机：最大转速不低于 3000 r/min。
- 6.7 水浴锅。
- 6.8 匀浆机。

## 7 试样的制备与保存

### 7.1 试样的制备

取适量新鲜或解冻的空白或供试组织，绞碎，并使均质。

- a) 取均质的供试样品，作为供试试样。
- b) 取均质的空白样品，作为空白试样。
- c) 取均质的空白样品，添加适宜浓度的标准工作液，作为空白添加试样。

### 7.2 试料的保存

-18 °C 以下保存。

## 8 测定步骤

### 8.1 提取

#### 8.1.1 肌肉、肝脏和肾脏

称取试料（ $5 \pm 0.05$ ）g，置于 50 mL 离心管中，加入 1 颗陶瓷均质子，加入无水硫酸钠 5 g，乙腈 10 mL，涡旋混匀（脂肪、家禽皮+脂置 50 °C 水浴加热 5 min 融化后涡旋混匀），中速振荡 10 min，3000 r/min 离心 5 min，取上清液移至分液漏斗中，加正己烷 30 mL，振摇 1 min，静置约 15 min，分离乙腈层。残余物再按上述步骤重复提取一次，乙腈层经同一份正己烷分配，振摇 1min，静置约 15min，分层，合并乙腈层于 60°C 氮吹至近干，残渣加入 95% 乙腈溶液 5 mL，涡旋混匀，为备用液。

#### 8.1.2 脂肪

称取试料（ $5 \pm 0.05$ ）g，置于 50 mL 离心管中，加入 1 颗陶瓷均质子，加入无水硫酸钠 5 g，乙腈 10 mL，置 50 °C 水浴加热 5 min 融化后涡旋混匀，中速振荡 10 min，3000 r/min

离心 5 min, 取上清液移至分液漏斗中, 加正己烷 30 mL, 振摇 1 min, 静置约 15 min, 分离乙腈层。残余物再按上述步骤重复提取一次, 乙腈层经同一份正己烷分配, 振摇 1min, 静置约 15min, 分层, 合并乙腈层于 60℃氮吹至近干, 残渣加入 95%乙腈溶液 5 mL, 涡旋混匀, 为备用液。

## 8.2 净化

碱性氧化铝固相萃取柱用 95%乙腈溶液 10 mL 活化, 备用液全部过柱, 用 95%乙腈溶液 3 mL 洗涤装备用液的离心管并过柱, 不收集, 用 80%乙腈溶液 7 mL 洗脱, 收集于 10 mL 塑料具塞试管中, 在 60℃下氮吹至干, 加乙腈-0.3%乙酸溶液 1.0 mL, 涡旋 1min, 超声 2min, 混匀后过 0.45 μm 微孔滤膜, 供液相色谱仪测定。

## 8.3 标准曲线的制备

精密量取混合标准工作液适量, 用乙腈-0.3%乙酸溶液稀释并定容, 制成浓度为 0.1 μg/mL、0.25 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、30.0 μg/mL、50.0 μg/mL 的系列标准工作液, 供液相色谱测定, 以测得峰面积为纵坐标, 对应的标准溶液浓度为横坐标, 绘制标准曲线, 求回归方程和相关系数。

## 8.4 测定

### 8.4.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱: C18 (250 mm×4.6 mm (i.d), 粒径 5 μm), 或相当者。
- b) 流动相: 乙腈: 0.3%乙酸溶液 (55:45)。
- c) 流速: 1.0 mL/min。
- d) 检测波长: 270 nm。
- e) 柱温: 30℃。
- f) 进样量: 50 μL。

## 8.5 测定法

取试样溶液和相应的混合标准溶液, 作单点或多点校准, 按外标法以色谱峰面积定量。标准工作液及试样溶液中待测物响应值应在仪器检测的线性范围之内。试样中待测物峰的保留时间与标准工作液相应峰的保留时间相对偏差应在 0.1min 以内。标准溶液色谱图见附录

A。

## 8.6 空白试验

取空白试样，除不加标准溶液外，采用相同的测定步骤进行平行操作。

## 9 结果计算和表述

供试试料中地克珠利和托曲珠利砒残留量按标准曲线或公式（1）计算：

$$X = \frac{C_s \times A \times V}{A_s \times m} \times 1000 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$X$ ——供试试料中地克珠利和托曲珠利砒残留量，单位为微克每千克（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）；

$C_s$ ——标准溶液中地克珠利和托曲珠利砒浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

$A$ ——试样溶液中地克珠利和托曲珠利砒峰面积；

$A_s$ ——标准溶液中地克珠利和托曲珠利砒峰面积；

$V$ ——定容体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$m$ ——供试试料质量，单位为克（ $\text{g}$ ）。

注：计算结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留 3 位有效数字。

## 10 检测方法的灵敏度、准确度和精密度

### 10.1 灵敏度

本方法的检出限为 20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为 50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 10.2 准确度

本方法在 50~6000  $\mu\text{g}/\text{kg}$  添加浓度水平上的回收率为 70%~110%。

### 10.3 精密度

本方法的批内相对标准偏差 $\leq$ 15%，批间相对标准偏差 $\leq$ 20%。

附录 A  
(资料性)  
标准溶液特征离子质量色谱图

对照品溶液色谱图见图 A.1。

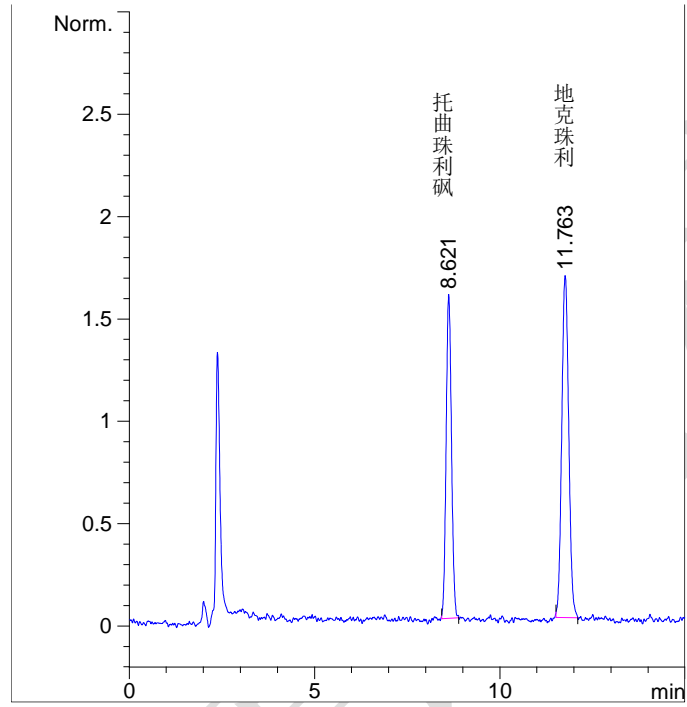


图 A.1 对照品溶液色谱图 (0.25  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )