



# 中华人民共和国国家标准

GBXXXXX—XXXX

## 食品安全国家标准 动物性食品中那西肽残留量的测定 高效液相色谱法

National food safety standard-

Determination of nosiheptide residues in foodstuffs of  
animal origin by high performance liquid chromatography

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-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

## 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。

征求意见稿

# 食品安全国家标准

## 动物性食品中那西肽残留量的测定

### 高效液相色谱法

#### 1 范围

本文件规定了动物性食品中那西肽残留量检测的制样和液相色谱测定方法。

本文件适用于猪和鸡肌肉、肝脏、肾脏和脂肪中那西肽残留量的检测。

#### 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

试样中残留的那西肽用乙腈提取，正己烷去脂，氮气吹干，甲醇溶解，高效液相色谱-荧光检测器测定，外标法定量。

#### 5 试剂与材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，水为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 甲醇（ $\text{CH}_3\text{OH}$ ）：色谱纯。

5.1.3 N,N-二甲基甲酰胺（ $\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$ ）：色谱纯。

5.1.4 磷酸（ $\text{H}_3\text{PO}_4$ ）。

##### 5.2 溶液配制

磷酸溶液：量取磷酸 0.25mL 加水至 1000mL，摇匀，即得。

##### 5.3 标准品

那西肽标准品，含量 $\geq 88.0\%$ ，见附录 A。

##### 5.4 标准溶液制备

5.4.1 标准储备液：取那西肽标准品约 25 mg，精密称定，用 N,N-二甲基甲酰胺溶解并稀释定容至

25 mL 容量瓶，配制成浓度为 1 mg/mL 的标准储备液。-18℃保存，有效期 6 个月。

5.4.2 标准工作液：精密量取标准储备液 1 mL，于 100 mL 容量瓶中，甲醇稀释并定容，配制成浓度为 10 µg/mL 的标准工作液。2-8 °C 保存，有效期 7 天。

## 5.5 材料

微孔滤膜：0.45 µm 有机系尼龙滤膜，或性能相当者。

## 6 仪器设备

6.1 液相色谱仪：配有荧光检测器（FLD）。

6.2 电子天平：感量为 0.000 01 g 和 0.01 g。

6.3 氮吹仪（带控温）。

6.4 涡旋混合器。

6.5 匀浆机。

6.6 离心机：最大转速不低于 3000 r/min。

6.7 振荡器。

## 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供试或空白样品，绞碎，并使均质。

a) 取均质后的供试样品，作为供试试样；

b) 取均质后的空白样品，作为空白试样；

c) 取均质后的空白样品，添加适宜浓度的标准工作液，作为空白添加试样。

### 7.2 试样的保存

-18 °C 以下保存。

## 8 测定步骤

### 8.1 提取

准确称取试样（2±0.02）g，置于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈，匀浆 1 min，振荡 10 min，3000 r/min 离心 5 min，取上清液至另一 50 mL 离心管中，残渣用 10 mL 乙腈重复提取一次，合并两次提取上清液，加入 20 mL 正己烷，涡旋 1 min，5000 r/min 离心 5 min，弃去上层正己烷层，取下层液体 40 °C 下氮吹至近干；准确加入 1.0 mL 甲醇涡旋混匀 1 min，过滤膜后供高效液相色谱仪测定。

### 8.2 标准曲线的制备

精密量取混合标准工作液适量，用甲醇稀释成浓度为 0.01 µg/mL、0.02 µg/mL、0.04 µg/mL、0.1 µg/mL、0.2 µg/mL、0.5 µg/mL、2.0 µg/mL 的标准溶液，临用前配制，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。

### 8.3 测定

#### 8.4.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱: C<sub>18</sub> 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 或相当者;
- b) 流动相: 磷酸溶液-乙腈 (55:45, V:V);
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 荧光检测器: 激发波长 327 nm, 发射波长 521 nm;
- e) 柱温: 30 °C;
- f) 进样量: 20 μL。

#### 8.4.2 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。对于试样中那西肽残留量超过仪器测定线性范围的, 用磷酸溶液-乙腈 (55:45, V:V) 稀释后使试样溶液的那西肽残留量在线性范围内。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偏差应在±0.1 min。标准溶液色谱图见附录B。

### 8.4 空白试验

取空白试样, 除不加药物外, 采用相同的测定步骤进行平行操作。

## 9 结果计算

试样中待测药物的残留量按标准曲线或公式 (1) 计算,

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

式中:

$\omega$ —试样中待测药物残留量, 单位为微克每千克 (μg/kg);

$\rho_s$ —标准溶液中待测药物浓度, 单位为微克每毫升 (μg/L);

$A$ —试样溶液中待测药物的峰面积;

$A_s$ —标准溶液中待测药物的峰面积;

$V$ —定容体积, 单位为毫升 (mL);

$m$ —试样质量, 单位为克 (g);

注: 计算结果不小于1 μg/kg的保留3位有效数字, 1 μg/kg以下保留至小数点后2位。

## 10 方法灵敏度、正确度和精密度

### 10.1 灵敏度

本方法的检出限为 $5\text{ }\mu\text{g/kg}$ ，定量限为 $10\text{ }\mu\text{g/kg}$ 。

### 10.2 正确度

本方法在 $10\text{ }\mu\text{g/kg}$ ~ $100\text{ }\mu\text{g/kg}$ 添加浓度的回收率为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  
(规范性)  
那西肽信息

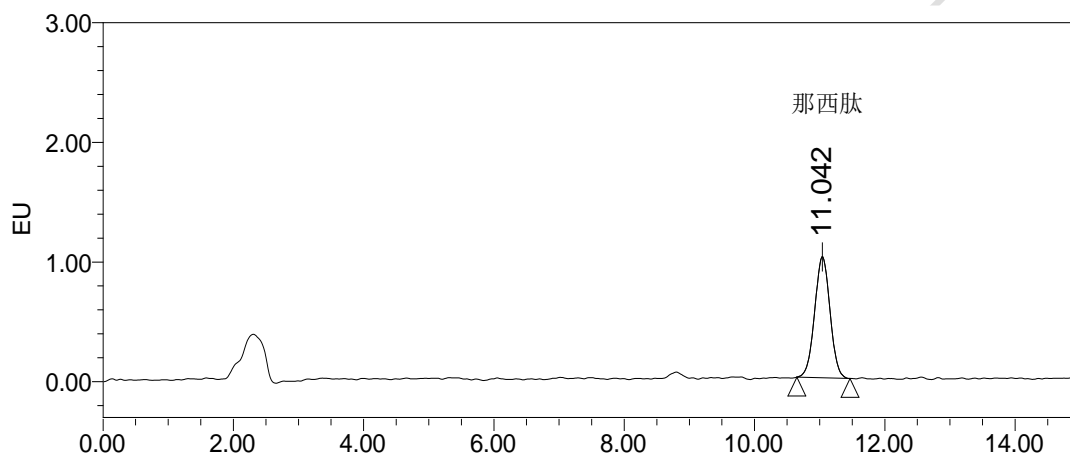
那西肽的中英文名称、CAS号、化学分子式及相对分子质量参见表A.1。

表A. 1 那西肽标准物质的信息

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子质量
1	那西肽	nosiheptide	56377-79-8	$C_{51}H_{43}N_{13}O_{12}S_6$	1222.36

附录 B  
(资料性)  
标准溶液色谱图

那西肽标准溶液色谱图参见图B.1。



图B.1 那西肽标准溶液色谱图 (20  $\mu\text{g/L}$ )