深圳市团体标准

《动物源性食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》

Determination of phorate, terbufos and metabolites residues in animal-derived foods

LC-MS/MS method

编制说明

《动物源性食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》标准编制组

2022年7月

目 录

**一、项目背景 1**

**二、工作简况 1**

（一）任务来源 1

（二）主要起草过程 1

**三、编制的原则及依据 3**

（一）编制原则 3

（二）制定思路与依据 4

**四、标准的重要内容 4**

（一）标准的属性 4

（二）标准的适用范围 4

（三）目标基质的选择 4

（四）检测方法的选择 5

（五）试剂纯度和级别的选择 5

（六）分析条件的优化和选择 5

**五、是否涉及专利等知识产权问题 6**

**六、其他应说明的事项 6**

# 一、项目背景

动物源性食品猪肉、牛肉、鸡肉、鸡蛋、猪肝等营养丰富，含有人体所需要的必需氨基酸，是食物中理想的优质蛋白质；含有钙、磷和铁等无机盐，还含有较多的维生素A、D、B1和B2。动物源性食品因为营养丰富而备受人们喜爱。有机磷农药在土壤中的残留经植物的吸收作用进入植物中，再经由畜禽类的摄食而进入动物体内，因此食用动物源性食品是人体暴露于有机磷农药的主要来源之一。

目前，GB 2763中规定哺乳动物肉类、哺乳动物内脏、禽肉类、蛋类中甲拌磷、甲拌磷砜、甲拌磷亚砜残留量参照 GB/T 23210规定的方法测定，而GB/T 23210适用于牛奶和奶粉中农药及相关化学品的定性鉴别和定量测定，并不适用于动物源性食品中农药的定量测定。目前，GB 2763中没有规定动物源性食品中特丁硫磷、特丁硫磷砜、特丁硫磷亚砜残留量的检测方法，也没有推荐其他检测方法进行参考。因此，制定动物源性食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法，是十分有必要的。

# 二、工作简况

（一）任务来源

深圳市团体标准《动物源性食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》于2021年6月经深圳市标准促进会批准立项。本标准由深圳凯吉星农产品检测认证有限公司起草。

（二）主要起草过程

1. 前期准备

2021年5月，标准编制组开展了前期资料收集与研究工作，结合国家标准、国内各地地方标准和深圳市地方标准，详细探讨了动物源性食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法的技术要点，为本项目标准的编制打下了良好的理论基础。

1. 标准立项

2021年6月，标准编制组讨论并确定了标准的适用范围、原理、主要试剂、仪器配置以及测定方法要点、内容框架等关键性技术内容，填写了《深圳市团体标准》制修订项目建议书，提交至深圳市标准促进会立项。

1. 成立标准编制组

2021年7月，深圳凯吉星农产品检测认证有限公司成立了标准编制组，并组织召开第一次标准讨论会，再结合国内外相关标准的基础上，进一步明确了动物源性食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法的技术要点内容。

1. 标准草案编制

2021年8月-2022年5月，编制组利用液相色谱-串联质谱仪完成了仪器方法以及前处理方法的开发和优化，并多次召开专题讨论会，编制组修改完善了《动物源性食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》基本框架，并对标准内容进行了验证，确定标准的关键指标和技术要求，形成标准草案稿。

1. 标准研讨修改

2022年6月，深圳凯吉星农产品检测认证有限公司召开标准研讨会，会上针对标准的范围、原理、试剂和材料、仪器、检测方法等相关技术条款进行了详细讨论，并根据会上达成的意见进行修改与完善。

三、编制的原则及依据

（一）编制原则

1. 科学性原则

本标准的制定结合了我国食用农产品检验检测行业发展需要，技术上综合考虑了国内动物源性食品中农药残留检测的需求，通过深入研究国家及地方相关标准以及政策法规等相关文件，遵循科学性的标准编制的要求，对标准的关键性指标进行了科学设置和合理分析，运用科学严谨的方法建立了本标准。

2. 先进性原则

目前我国关于动物源性食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物残留量的测定方法仍然存在标准空白点，本标准的制定和实施有利于提升动物源性食品的质量安全，促进我国食品农产品行业向高标准、高质量发展，切实保障消费者的身体健康和生命安全，同时也为政府部门和社会监督提供必要的规范依据，具备一定的“先进性”和“前瞻性”。

3. 合理性原则

标准制定应充分考虑动物源性食品的基质复杂，同时结合检测机构的实际情况及社会需求。目前国内外针对猪肉、牛肉、鸡肉、鸡蛋、猪肝中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物残留量测定无相关配套标准，国内也没有相应的国家、行业、团体标准，各检测机构引用参考其他产品检测标准。本标准强调与国内相关标准协调一致，在技术细节上做了诸多细化和协调统一，以保障标准的合理性。

4. 实用性原则

本标准在起草过程中认真调研了解了我市动物源性食品的销售情况和生产特点，并在此基础上进行了检测方法开发优化，形成了结构清晰、逻辑顺畅、描述专业、数据合理的检测标准。保证了本标准的简明易懂和可操作性，便于后续开展动物源性食品中农药残留检测工作。

（二）制定思路与依据

本标准依据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》的要求进行编写，旨在结合动物源性食品中农药残留检测的需求，提高动物源性食品的质量安全，切实保障消费者的生命安全和身体健康。

四、标准的重要内容

本标准在国内为首次制定，对标准方法的范围、原理、试剂材料、仪器设备、分析步骤、分析结果的表述、精密度以及定量限等重要内容进行了规定和说明。

（一）标准的属性

本标准为深圳市团体标准。

（二）标准的适用范围

本标准适用于适用猪肉、牛肉、鸡肉、鸡蛋、猪肝中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物残留量的液相色谱-串联质谱法的定性确证和定量测定。

（三）目标基质的选择

国内外现有研究表明，有机磷农药在土壤中的残留经植物的吸收作用进入植物中，再经由畜禽类的摄食而进入动物体内，因此食用动物源性食品是人体暴露于有机磷农药的主要来源之一。本标准起草小组在前期研究中对深圳市居民主要动物源性食品（猪肉、牛肉、鸡肉、鸡蛋、猪肝）中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物进行了初步监测，未发现甲拌磷、特丁硫磷残留。因此，对检测步骤和条件进行确证和验证时，以空白基质加标回收进行了方法学验证。所选择的动物源性食品基质主要包括市面上常见的猪肉、牛肉、鸡肉、鸡蛋、猪肝这5种食品基质。

本标准对上述5种动物源性食品中的甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物的检测过程进行了规定。经过多家单位的协同性验证试验，证明标准方法的各项技术指标能够满足上述食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物测定的要求。

（四）检测方法的选择

甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物属于农药残留，含量通常较低，主要集中在μg/kg水平，属于痕量有机污染物。为了保证检测方法具备足够低的检出限，同时考虑到食品基质的复杂性，本标准采用液相色谱-串联质谱法（LC-MS/MS）对动物源性食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物进行测定。该方法综合利用了高效液相色谱的高分离度特性和电喷雾串联质谱的高灵敏度特性，能够较好的满足动物源性食品中甲拌磷、特丁硫磷及其代谢物测定的需求。

（五）试剂纯度和级别的选择

本标准规定使用一级水、色谱级的甲醇、乙腈、甲酸作为流动相和提取液，所选用的化学试剂为分析纯。

（六）分析条件的优化和选择

在对实验条件反复优化的基础之上，本标准对猪肉、牛肉、鸡肉、鸡蛋、猪肝基质样品的提取和净化步骤进行了详细的规定，给出了样品上机测定时液相色谱和质谱的参考条件。

五、是否涉及专利等知识产权问题

不涉及。

六、其他应说明的事项

无

标准编制组

2022年7月