

《食品安全国家标准 食品中乙氧基喹残留量的测定》（征求意见稿）编制说明

一、标准起草基本情况

本标准制定任务来源于国家卫生健康委员会（原国家卫生和计划生育委员会）委托制定的食品安全国家标准项目，由四川省食品药品检验检测院、江西省食品检验检测研究院负责起草制定 SPAQ-2017-075《食品安全国家标准食品中乙氧基喹的测定》。2017 年 11 月 8 日收到正式通知，2017 年 11 月 16 日在北京召开 2017 年食品安全国家标准项目启动会，启动会后项目组正式协调成立，在广泛调查研究和讨论的基础上，起草了本标准，并邀请五家专业技术机构进行方法标准实验室间验证工作。2019 年 5 月在方法验证的基础上，形成讨论稿，并通过信函的方式向有关机构和专家广泛征求意见，期间未收到重大分歧意见，经整理归纳后，形成送审稿。2019 年 9 月 4 日经第二届食品安全国家标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第一次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

本标准适用于水果中（苹果、梨、柑橘、葡萄）中乙氧基喹的测定。相较于 GB/T 5009.123-2003，修改了气相色谱法的样品制备方法，并将气相色谱法中填充柱色谱柱分离修改成了毛细管色谱柱分离；增加了液相色谱测定方法与液相色谱-串联质谱/质谱确证方法。

本标准从样品制备、加入抗氧化剂、提取溶剂提取体积、氮吹浓缩净化、色谱条件等各方面对乙氧基喹的提取进行分析。

第一法为液相色谱法，本方法利用液相色谱对各类水果中乙氧基喹进行定性、定量研究。试样经与维生素 C 混合制样后，在碱性条件下经正己烷提取，浓缩后乙腈复溶，采用高效液相色谱荧光检测器测定，外标法定量，必要时可用液相色谱质谱联用仪对目标物进行确证。当称样量为 5g 时，乙氧基喹的检出限为 0.01mg/kg，定量限为 0.02mg/kg。当乙氧基喹在 4ng/mL ~ 100 ng/mL 范围内时，线性关系良好。乙氧基喹在添加水平分别为 0.02mg/kg、0.04mg/kg、0.2mg/kg 以及限量水平（1mg/kg）时，平均回收率为 83.9%~108.2%，相对标准偏差（RSD，n=6）为 1.4%~8.1%，满足 GB/T 27404-2008 的要求。

五家实验室间的方法验证结果指标也均符合 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范食品理化检测》中附录 F 规定的检测方法确认的技术要求。因此，本方法灵敏度高、准确性好、精密度高，可满足日常检测的要求。

第二法为气相色谱法，参照 GB/T 5009.123-2003，在样品制备中加入了维生素 C 作为抗氧化剂，并将气相色谱条件调整成现今更为常用的毛细管色谱柱法。经实验室验证，当称样

量为 10g 时，乙氧基喹的检出限为 0.05mg/kg。各添加水平的平均加标回收率为 84.05%~109.00%，各添加水平精密度范围为 0.10%~5.08%，均能满足方法规定的精密度要求。

三、国内外相关法规标准情况

国内现行多个涉及乙氧基喹的检测标准，但覆盖基质和测定方法均有所不同，AOAC 的检测方法则针对饲料中乙氧基喹的检测，详细情况汇总如下表所示：

表 1.国内相关关检测标准

序号	标准号	标准名称	方法名称	检测范围/适用基质	与修订标准的关系
1	GB/T 5009.129-2003	《水果中乙氧基喹残留量的测定》	气相色谱法	苹果等	非等效
2	GB/T 17814-2011	《饲料中丁基羟基茴香醚、二丁基羟基甲苯、乙氧喹和没食子酸丙酯的测定》	高效液相色谱法	饲料	非等效
3	SN/T 3849-2014	《出口食品中多种抗氧化剂的测定》	高效液相色谱法、液相色谱-质谱/质谱法	食用油、黄油、油炸坚果、坚果、方便面、杂粮粉、燕麦片、膨化食品、腌肉、风干水产、油炸面制品、饼干、胶基果糖	非等效
4	SN/T 3856-2014	《出口食品中乙氧基喹残留量的测定》	气相色谱-质谱法、液相色谱法	猪肉、虾肉、鸡蛋、猪肝、梨、大白菜、西红柿、辣椒粉	非等效
5	SN/T 0533-2016	《出口水果中乙氧喹残留量检测方法》	液相色谱荧光检测法、液相色谱-质谱/质谱法	苹果、梨、李、柑橘	非等效
6	GB 23200.89-2016	《动物源性食品中乙氧喹残留量的测定液相色谱法》	高效液相色谱法	:猪肉、猪肝、猪肾、鸡肉、鱼肉、鸡蛋、蜂蜜、牛奶	非等效
7	AOAC official Method 996.13	Ethoxyquin in Feeds Liquid Chromatographic Method	高效液相色谱法	饲料	非等效

四、其他需要说明的事项

无。