

1 主题内容与适用范围，

本标准规定了出口冻分割肉、清蒸猪肉罐头和咸牛肉罐头中甲萘威残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口冻分割肉、清蒸猪肉罐头和咸牛肉罐头中甲萘威残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过5 000箱为一检验批。同一检验批内商品应具有同一的特征，如包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 抽样数量

2.2.1 肉

500箱及以下	取5箱，
501～1000箱	取7箱
1001～3000箱	取11箱；
3001～4000箱	取13箱；
4001～5000箱	取15箱。

2.2.2 罐头

500箱及以下	取5箱；
501～1000箱	取7箱；
1001～3000箱	取11箱；
3001～4000箱	取13箱；
4001～5000箱	取15箱。

2.3 抽样工具和方法

2.3.1 肉

每箱取样一包，去掉塑料薄膜，从每包肉样抽取肉渣或肉块不少于25g，总样量不少于1kg，放入清洁的容器内，并填写标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人，及时送交实验室。

2.3.2 罐头

每箱取一罐，填写标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人，然后送交检验。

2.4 实验室样品制备

2.4.1 肉

将所取全部样品，充分搅碎混匀，取有代表性的样品，总量不少于500g，装入清洁容器内，密封，冷藏。

2.4.2 罐头

将所取全部样品整罐倒出，充分搅碎混匀，取有代表性的样品，总量不少于500g，装入清洁容器内，密封，冷藏。

注：在抽样和制样制备的操作中，必须注意不使样品受到污染或发生任何变化，以保证实验室样品能代表这一批的总样。

3 测定方法

3.1 方法提要

用乙酸乙酯提取试样中的甲萘威残留物，经乙腈—石油醚液—液分配净化，用液相色谱仪测定，内标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 甲醇：紫外光谱纯。

3.2.2 乙腈：分析纯，用石油醚饱和。

3.2.3 石油醚：(60～90℃)：分析纯，重蒸馏，用乙腈饱和。

3.2.4 乙酸乙酯：分析纯。

3.2.5 无水硫酸钠：分析纯。650℃灼热4h以上，贮于密闭容器中。

3.2.6 甲萘威和内标物(克百威)标准品：纯度99% 以上(如果试样中存在克百威，可选择其他内标物)。

3.2.7 甲萘威和内标物的标准溶液：均以甲醇为溶剂配成浓度为0.100mg／mL的标准贮备溶液，使用时稀释成适用浓度的标准工作溶液。

3.2.8 甲萘威和内标物(克百威)混合标准工作溶液：甲萘威与克百威按适当比例(使其峰高接近)，用甲醇稀释配制成适用浓度的标准工作浓液。

3.3仪器和设备

3.3.1 液相色谱仪并配备可变波长紫外检测器。

3.3.2组织捣碎机。

3.3.3 旋转蒸发器及250mL、100mL蒸发瓶(24号口)。

3.3.4 微量注射器：5μL、10μL。

3.3.5 振荡器。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取及净化

称取20.0g实验室样品，置乳钵中，加入80～100g无水硫酸钠，研磨均匀后，移入250mL锥形瓶中，加入100mL乙酸乙酯，振荡30min后，滤取清液50mL(相当于10g样品)于250mL蒸发瓶中。用旋转蒸发器，在50℃水浴中，将乙酸乙酯蒸净，用30mL石油醚分次将残余物洗入125mL分液漏斗中，然后分别用25mL、15mL乙腈提取两次，合并的乙腈提取液用15mL石油醚洗涤一次，将上述乙腈提取液移入100mL蒸发瓶中蒸干，用1mL甲醇溶解后，供色谱测定。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

a. 固定相：ODS-HC Si1-X-10.26×25cm不锈钢柱；

b. 流动相：80% (V／V)甲醇的水溶液；

c. 温度：室温；

d. 检测器：紫外检测器(220nm)；

e. 吸光度满量程：0.02A；

f. 记录器量程：5mV。

3.4.2.2 色谱测定

取适量(例如5μL)样液和与其中甲萘威峰高相近的甲萘威和内标物(克百威)混合标准工作溶液，同时进行色谱测定，量取峰高。

3.5 空白试验：按3.4测定步骤进行试剂空白试验。

3.6 结果计算

用色谱数据处理机或按下式计算甲萘威残留量。

$$\text{甲萘威残留量 (mg/kg)} = (h/h') \times (h_1' / h_1) \times (c' / c_1') \times (m_1/m)$$

式中：h—样液中甲萘威峰高，mm；

h' —标准工作溶液中甲萘威峰高，mm；

h₁' —标准工作溶液中内标物(克百威)峰高，mm；

h₁—样液中内标物(克百威)峰高，mm；

c' —标准工作溶液中甲萘威浓度，ng／μL；

c₁' —标准工作溶液中内标物(克百威)浓度，ng／μL；

m₁—样液中加入内标物(克百威)量，μg；

m—所取试样量，g。

注：结果有空白值，计算结果需将空白值扣除。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国天津进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人富恩承、郑洪生。