

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口牛肉中敌敌畏、二嗪磷、倍硫磷、马拉硫磷残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口牛肉中敌敌畏、二嗪磷、倍硫磷、马拉硫磷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过5 000箱为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同的包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2 样本的大小

批 量	最低抽取数
500箱及以下	5箱
501～1000箱	7箱
1001～3000箱	11箱
3001～4000箱	13箱
4001～5000箱	15箱

2.3 抽样工具和方法

每箱取样一包，去掉塑料薄膜，从每包中抽取肉样100～200g，总样量不少于1 kg，放入清洁的容器内，并填写样品标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人，送交实验室。

2.4 实验室样品及试样的制备

将收到的实验室样品，缩分出具有代表性的试样不少于500g，装入清洁的容器中，并在样品标签上注明品名、日期、报验号、申请单位，取样人等，在0℃以下保存，待测。

注：在抽样和制样的操作中，必须防止样品受到污染和发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

用乙腈—水溶液提取试样，加入乙酸锌，消除脂肪，用三氯甲烷萃取、净化，萃取液浓缩定容后，注入配有火焰光度检测器的气相色谱仪测定，外标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 乙腈：分析纯，重蒸馏。

3.2.2 蒸馏水：重蒸馏。

3.2.3 三氯甲烷：分析纯，重蒸馏。

3.2.4 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，贮于干燥器中备用。

3.2.5 乙酸锌，分析纯。

3.2.6 敌敌畏、二嗪磷、倍硫磷、马拉硫磷标准品；纯度均大于99%；

3.2.7 乙腈—水溶液 (1+1)。

3.2.8 无水硫酸钠溶液 (20g/L)：将2g灼烧过的无水硫酸钠 (3.2.4)溶于100mL蒸馏水中。

3.2.9 农药标准溶液：准确称取适量的敌敌畏、二嗪磷、倍硫磷、马拉硫磷标准品 (3.2.6)，用三氯甲烷配制成浓度为1mg/mL的混合标准储备溶液，根据需要再配制成适宜浓度的混合标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配有火焰光度检测器：磷滤光片526nm。

3.3.2 磨粉机。

3.3.3 组织捣碎机。

3.3.4 旋转蒸发器。

3.3.5 振荡器。

3.3.6 无水硫酸钠柱：筒形漏斗15cm×1.5cm (内径)，内装5 cm高无水硫酸钠。

3.3.7 微量注射器：10μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取20.0g试样置于具塞锥形瓶中，加乙腈—水溶液 (3.2.7)100mL和乙酸锌 (3.2.5)1.0g，在振荡器上振荡45min后通过定性滤纸过滤，收集滤液于锥形瓶中。

3.4.2 净化

将全部滤液置于装有硫酸钠溶液 (3.2.8)的分液漏斗中，取乙腈 (3.2.1)40mL分四次洗涤锥形瓶中的肉渣，将洗涤液滤入分液漏斗，取50mL三氯甲烷洗涤锥形瓶中肉渣，然后将洗涤液滤入分液漏斗中，强烈振摇分液漏斗2min，静置分层。再分别用三氯甲烷50mL、30mL萃取二次，合并全部三氯甲烷萃取液，在53±2℃下，用旋转蒸发器浓缩至10 mL左右，过硫酸钠柱 (3.3.6)。用三氯甲烷定容至25mL，供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃柱，2m×2.6mm (内径)，填充物为4% (m/m)SE-30+6% (m/m)OV-210涂于Chrom Q (80～100筛目)上。

b. 色谱柱温度：190℃。

c. 检测器温度：230℃。

d. 进样口温度：230℃。

e. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，71 mL/min。

f. 燃气：氢气，纯度>99.9%，82.5mL/min。

g. 助燃气：空气，47.5mL/min。

在上述操作条件下，保留时间分别为：敌敌畏1.6 min；二嗪磷4.30min；倍硫磷9.46min；马拉硫磷12.2 min。

3.4.3.2 色谱测定

用微量注射器准确吸取适量的样液注入气相色谱仪，并测量其峰高，用相应的工作曲线估计样液中农药的大约浓度，然后取与样液中农药浓度最相近的标准工作溶液，与样液同时进行色谱测定。

3.4.4 空白试验：按上述有关步骤进行试剂空白试验。

3.5 结果计算

用色谱数据处理机或下列公式计算含量：

$$x=\frac{H_1\cdot c\cdot V}{H_2\cdot m}$$

式中：x—农药残留量，mg/kg；

H₁—样液中农药峰高，mm；

H₂—标准工作溶液中农药峰高，mm；

c—标准工作溶液中农药浓度，μg/mL；

m—所取试样质量，g；

V—样液定容体积，mL。

注：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吉林、黑龙江进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人王明泰、杨英华、顾学成、许晓村、鲍清泰。