

1 主要内容与适用范围

本标准规定了出口肉和肉罐头中蝇毒磷残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口肉和肉罐头中蝇毒磷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过500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 样本大小

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

与(2.2.1)规定相同。

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、抽样人，及时送交实验室。

2.3.2 罐头

每箱抽一罐，填写标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、抽样人，然后送交检验。

2.4 实验室试样制备

2.4.1 肉

将所抽取的全部样品，充分搅碎混匀，取有代表性样品总量不少于500g，装入清洁容器内，密封，冷藏。

2.4.2 罐头

将所抽取的全部样品整罐倒出，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：在抽样和制样的操作中必须防止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

本方法以乙酸乙酯提取试样中残留的蝇毒磷，经石油醚、乙腈进行液—液分配净化。用气相色谱仪进行测定，内标法定量。

3.2试剂和材料

3.2.1 乙酸乙酯：分析纯。

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 丙酮：分析纯，重蒸馏。

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 蝇毒磷和内标物(亚胺硫磷)标准品：纯度99%以上(如果试样中存在亚胺硫磷，可选择其他内标物)。

3.2.7 蝇毒磷和内标物的标准溶液：均以丙酮为溶剂配成浓度为0.1mg/mL的标准贮备溶液。

3.2.8 蝇毒磷和内标物(亚胺硫磷)混合标准工作溶液：蝇毒磷与亚胺硫磷按适比例，用丙酮稀释配制成适用浓度的标准工作溶液。

3.3仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配备火焰光度检测器。

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，并定量加入适量内标物标准溶液，振荡30min后，滤取清液50mL(相当于10g试样)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。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丙酮溶解，供色谱测定。

3.4.2 测定。

3.4.2.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃质，1m×2.6mm(内经)。内装3% OV-17(m/m)固定液涂于Chromosorb W AWDMCS(80~100筛目)；

b. 气体：高纯氮纯度>99.99%，100mL/min；空气50mL/min；氢气100mL/min；

c. 温度：柱箱230℃，进样口和检测器温度：250℃，

d. 磷滤光片：526nm。

3.4.2.2 色谱测定

取适量(例如5μL)样液和与其中蝇毒磷峰高相近的蝇毒磷和内标物(亚胺硫磷)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：按上述步骤进行。

3.6 结果计算

用色谱数据处理机按适当的程序计算蝇毒磷残留量。也可以按下式计算：

蝇毒磷残留量(mg/kg)=(h/h')×(h<sub>i</sub>'/h<sub>i</sub>)×(c'/c<sub>i</sub>')×(m<sub>i</sub>/m)

式中：h—样液中蝇毒磷峰高，mm；

h'—标准工作溶液中蝇毒磷峰高，mm；

h<sub>i</sub>'—标准工作溶液中内标物(亚胺硫磷)峰高，mm；

h<sub>i</sub>—样液中内标物(亚胺硫磷)峰高，mm；

c'—标准工作溶液中蝇毒磷浓度，ng/μL；

c<sub>i</sub>'—标准工作溶液中内标物(亚胺硫磷)浓度，ng/μL；

m<sub>i</sub>—样液中加入内标物(亚胺硫磷)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。