

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、咸牛肉罐头、冻去骨卷羊肉、午餐肉罐头、肠衣中六六六、滴滴涕残留量检验的抽样、制样和测定方法。

本标准适用于出口冻分割肉、清蒸猪肉罐头、咸牛肉罐头、冻去骨卷羊肉、午餐肉罐头、肠衣中六六六、滴滴涕残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

肉及肉罐头以不超过2 500件(箱)商品为一检验批。肠衣每检验批最多不超过500件(桶或包)。同一检验批内的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 肉及肉罐头

| 检验批中的件数   | 最少抽样件数 |
|-----------|--------|
| 1~25      | 1      |
| 26~100    | 5      |
| 101~250   | 10     |
| 251~500   | 15     |
| 501~1000  | 17     |
| 1001~2500 | 20     |

2.2.2 肠衣

| 检验批中的件数 | 最少抽取件数 |
|---------|--------|
| 1~10    | 3      |
| 11~50   | 7      |
| 51~100  | 12     |
| 101~300 | 32     |
| 301~500 | 52     |

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，从每包抽取肉样不少于50g，总量不少于1kg，放入清洁容器内，并填写标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人，及时交送实验室。

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、及时交送实验室。

2.3.3 肠衣：每桶、包取样一把。填写标签、注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人，及时交送实验室。

2.4 试样的制备

2.4.1 肉：将所取全部样品充分混匀，取有代表性样品总量不少于500g，充分搅碎，装入清洁容器内，密封、冷藏(-18℃)。

2.4.2 罐头：将所取全部样品整罐倒出，取有代表性样品总量不少于500g，充分搅碎，装入清洁容器内，密封、冷藏(-18℃)。

2.4.3 肠衣：将肠衣的附盐去掉，沥净盐卤。将每把肠衣切成相等的三段，顺序从段的一端切下相等量的小段(2~5mm)，然后进一步剪碎，用四分法缩分至不少于500g，充分混匀(大肠头可用绞肉机绞碎3次以上；干猪膀胱可用剪刀直接剪碎，取不少于500g或用粉碎机粉碎，通过20目筛)，然后装入清洁的容器内，作为测试样品。

注：在抽样和样品制备的操作中，必须注意不使样品带进污染物或者发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

低脂肪含量肉样经高氯酸—冰乙酸混合液消化；用石油醚提取六六六和滴滴涕；高脂肪肉样经脱水后，于脂肪提取器中，用石油醚提取六六六和滴滴涕。提取液以浓硫酸净化；用气相色谱ECD测定，以内标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 石油醚：重蒸馏，收集65~75℃馏分。取300mL于旋转蒸发器内，浓缩至5mL，在与测定方法相同的色谱条件下，取5μL进行测定。溶剂峰及其他杂峰不干扰六六六、滴滴涕测定，其溶剂杂峰峰高不得超过相当于2×10<sup>-11</sup>g的丙体六六六的峰高。

3.2.2 蒸馏水：取100mL用10mL石油醚提取，在与测定方法相同的色谱条件下，取5μL提取液进行测定，应无石油醚以外的峰。

3.2.3 浓硫酸：优级纯。

3.2.4 冰乙酸：分析纯。

3.2.5 高氯酸：分析纯。

3.2.6 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，贮于密闭容器中。

3.2.7 硫酸钠水溶液(20g/L)：以灼烧过的无水硫酸钠(3.2.6)配制。

3.2.8 内标物及标准农药的纯度≥99%。

3.2.8.1 内标物标准溶液和农药标准溶液的配制：准确称取适量的环氧七氯、甲体六六六、乙体六六六、丙体六六六、丁体六六六、对、对'—滴滴涕、邻、对'—滴滴涕、对、对'—滴滴涕、对、对'—滴滴涕，用少量苯溶解。然后用石油醚分别配成0.100mg/mL的标准储备液。根据需要再配制成适用浓度的混合标准工作溶液和内标物标准溶液。

注：如果试样中含有环氧七氯，可选用其他适当内标物。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配备电子俘获检测器。

3.3.2 小型绞肉机：筛板孔径6mm。

3.3.3 心形瓶式脂肪提取器：250mL心形瓶，规格见附录A(补充件)。

3.3.4 抽吸装置：规格见附录A(补充件)，其中玻璃吸管尖端部分内径0.5~0.6mm。

3.3.5 消化提取分离器(卧式或立式)：规格见附录A(补充件)。

3.3.6 旋转蒸发器。

3.3.7 全玻璃系统重蒸馏装置。

3.3.8 心形瓶：250mL。

3.3.9 微量注射器：5μL、10μL、100μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

3.4.1.1 提取方法I(适用于脂肪含量<20%的肉样及肠衣)：称取绞碎湿匀的试样10.0g，置消化提取分离器内(3.3.5)加入高氯酸+冰乙酸(1+1)50mL(3.2.4和3.2.5)，置80℃水浴上，时时摇动(内防止产生炭粒，开始要连续摇动几分钟)至内容物全部消化为止，取下冷却至室温，加水到刻度，分别用50、30、20mL石油醚(3.2.1)提取3次，收集3次石油醚提取液于心形瓶中(3.3.8)。

3.4.1.2 提取方法II(适用于脂肪含量>20%的肉样)：称取绞碎湿匀的试样5.0g于有40g无水硫酸钠(3.2.6)的研钵内，研磨成干粉状。然后移入滤纸筒内，装于心形瓶式脂肪提取器中(3.3.3)。研钵用。100mL石油醚(3.2.1)分两次洗涤，洗涤液倾入滤纸筒内。置于80℃水浴上，回流抽提8h(回流速度8~10次/h)，弃去滤纸筒，保留提取液于心形瓶中。加入石油醚(3.2.1)使总体积约为100mL。

3.4.2 净化：向上述心形瓶中提取液内加入浓硫酸10mL(3.2.3)，提取液与浓硫酸体积比约为10:1。轻轻摇动1~2次，静置分层，用抽吸装置(3.3.4)将下层酸液缓慢抽除，再重复如上操作，净化1~3次(净化至下层酸液呈无色或淡黄色)，每次振摇0.5 min，静置分层后抽除下层酸液，用硫酸钠水溶液(3.2.7)洗涤石油醚相两次，每次100mL。抽除水层。在旋转蒸发器或脂肪提取器上(3.3.3或3.3.6)将净化液浓缩至合适体积(约20mL)，然后向净化液中定量加入环氧七氯内标物标准溶液(3.2.8.1)使其浓度与选定的工作标准溶液中的内标物浓度相近，摇匀。加入至少5g无水硫酸钠(3.2.6)，脱水后随即进行色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件(可根据所用仪器另行优选色谱条件)：

a. 玻璃色谱柱：2 m×2.5 mm(内径)。填充物为2.5% OV-17+3.3% QF-1混合固体液，涂于Chromosorb WAW-DMCS(80~100筛目)。

b. 柱温：200℃。

c. 进样口温度：250℃。

d. 检测器温度：270℃。

e. 载气：高纯氮(纯度≥99.99%)，流量60mL/min；

3.4.3.2 色谱测定

取适量上述已加内标物标准溶液的样液、空白试液及选定的标准工作溶液同时进行色谱测定。

注：①出峰顺序为甲体六六六、丙体六六六、乙体六六六、丁体六六六、环氧七氯、对、对'—滴滴涕、邻、对'—滴滴涕、对、对'—滴滴涕、对、对'—滴滴涕。

②标准工作溶液及待测液中各种农药组分的响应，均应在仪器检测器的线性范围之内。

3.4.4 空白试验：按上述操作步骤进行。

3.5 计算：用色谱数据处理机按适当程序计算各种农药残留量，也可按式(1)分别计算。

$$\lambda = \frac{h}{h'} \times \frac{c'}{c} \times \frac{h'_i}{h_i} \times \frac{c'_i}{c_i} \times \frac{m_i}{m}$$

式中：h—样液中农药的峰高，mm；

h'—工作标准溶液中农药的峰高，mm；

h'\_i—工作标准溶液中内标物的峰高，mm；

h\_i—样液中内标物的峰高，mm；

c'—工作标准溶液中农药的浓度，ng/μL；

c'\_i—工作标准溶液中内标物的浓度，ng/μL；

m\_i—样液中加入内标物的量，ng；

m—样品量，g。

注：计算结果需将空白值扣除。

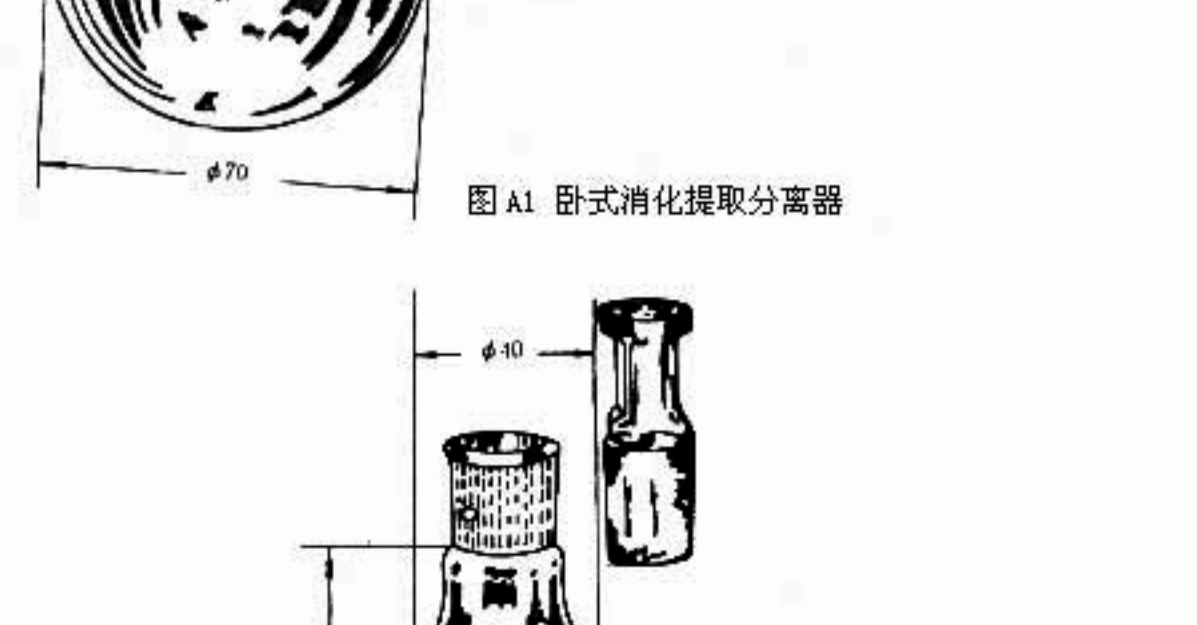


图 A1 卧式消化提取分离器



图 A2 立式消化提取分离器

A2 抽吸装置见图A3



1—抽滤瓶；2—橡胶塞；3—玻璃三通节门；4—胶管；5—聚乙烯软管；

6—玻璃吸管；7—心形瓶；8—心形瓶架

A3 抽吸装置使用注意事项

抽吸装置使用前，将三通活塞转至排空处，以手提索连接吸管的耐橡胶管，将吸管插至心形瓶底(当吸管尖端通过石油醚层时；要按压橡胶管内空气，使气泡不断冒出，防止石油醚流入吸管内)。然后松开橡胶管，并旋转活塞，抽气，将酸液(或水)抽除，待抽尽下层酸液(或水)时，立即紧捏胶管或关闭活塞停止抽吸，然后将吸管提出(此时用滴管吸取未用过的石油醚，冲洗吸管外壁3~4滴)，用滤纸擦净管外壁并用丙酮抽吸洗净管内壁，再用滴管吸取未用过的石油醚3~4滴冲洗吸管外壁，即可继续使用。

A4 心形瓶式脂肪提取器：250mL心形瓶，规格见图A4。

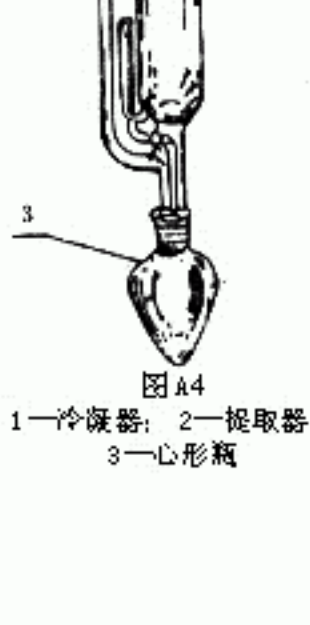


图 A4  
1—冷凝器；2—提取器；  
3—心形瓶

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、甘肃进出口商品检验局起草。

本标准起草人富恩承、苗春山、郭朝阳、穆乃强、郑洪生。