

前言

本标准是根据GB/T1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》及SN/T0001—1995《出口商品中农药、兽药残留量及生物毒素检验方法标准编写的基本规定》的要求进行编写的。其中测定方法是参考国内外有关文献，经研究、改进和验证后制定的。本标准同时制定了抽样和制样方法。

测定下限是根据国际上对肉及肉制品中利谷隆残留量的最高限量和测定方法的灵敏度而制定的。

本标准的附录A为提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出并归口。

本标准由中华人民共和国上海进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人：王宝根、陈余英。

本标准系首次发布的行业标准。

1 范围

本标准规定了出口肉及肉制品中利谷隆残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口猪肉中利谷隆残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过2500件为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同特征，如包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2 抽样数量

批量，件	最低抽样数，件
1~25	1
26~100	5
101~250	10
251~500	15
501~1000	17
1001~2500	20

2.3 抽样方法

按2.2规定的抽样件数随机抽取，逐件开启。从每件中取一袋作为原始样品，其总量不少于2kg，放入清洁容器内，加封后，标明标记，及时送交实验室。

如每件中无小包装，或有小包装但每袋重量超过2kg者，可用经灭菌的锋利刀，在抽出的包件中，每件割取不少于100 g，混合后置于洁净容器内，作为混合原始样。混合原始样的重量不少于2kg。加封后，标明标记，及时送交实验室。

2.4 试样制备

从所取全部样品中取出有代表性样品约1 kg，经组织捣碎机充分捣碎均匀，均分成两份，分别装入洁净容器内作为试样。加封并标明标记。

2.5 试样保存

将试样于-18℃以下冷冻保存。

注：在抽样及制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

试样中残留的利谷隆用丙酮—乙腈提取，提取液于-18℃冰箱中冷冻放置，迅速过滤，滤液通过弗罗里硅土柱净化，丙酮—正己烷洗脱，洗脱液用配有电子俘获检测器的气相色谱仪测定，外标法定量。

3.2 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为重蒸馏水。

3.2.1 乙腈：重蒸馏。

3.2.2 丙酮：重蒸馏。

3.2.3 苯：重蒸馏。

3.2.4 乙醚。

3.2.5 正己烷：优级纯，重蒸馏，收集68~69℃馏分。

3.2.6 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，冷却后贮于密闭容器中备用。

3.2.7 弗罗里硅土（牌号：Fluka或相当者）：80~100目，650℃灼烧4h，冷却后贮于密闭容器中，使用前在130℃下烘5h，贮于干燥器内。

3.2.8 利谷隆标准品：纯度≥99%。

3.2.9 利谷隆标准溶液：准确称取适量的利谷隆标准品，用苯配制成浓度为1.0 mg/mL的标准储备液，根据需要再用正己烷稀释成适当浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配有电子俘获检测器。

3.3.2 震荡器。

3.3.3 组织捣碎机。

3.3.4 布氏漏斗。

3.3.5 离心管：60 mL，具塞。

3.3.6 层析柱：20cm×1.5cm（内径）。

3.3.7 微量注射器：10μL。

3.3.8 全玻璃系统蒸馏装置。

3.3.9 脱脂棉：用丙酮—正己烷（1+9）回流2h，取出挥发至于，保存在清洁容器中备用。

3.3.10 空气（或氮气）流浓缩装置。

3.3.11 旋转蒸发器。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取约20 g试样（精确至0.1g）于研钵中，加60 g无水硫酸钠，研磨均匀后，移入250 mL锥形瓶中。加100 mL丙酮—乙腈（5+95），震荡30min。通过布氏漏斗抽滤，并用10 mL丙酮—乙腈（5+95）洗涤残渣（残渣留在锥形瓶中），抽滤。继加60 mL丙酮—乙腈（5+95）再震荡30 min，拍滤，并用20 mL丙酮—乙腈（5+95）洗涤残渣（残渣倒入漏斗上），合并全部滤液。

3.4.2 净化

将滤液于-18℃冰箱个放置1h，然后迅速过滤于200 mL容量瓶中。用丙酮定容。准确吸取10 mL于具塞离心管中，用氮气流浓缩至近干，加约2mL正己烷以溶解残渣。

于层析柱的下端填入少量脱脂棉，依次装入0.5cm高的无水硫酸钠、3.5g弗罗里硅土和1cm高的无水硫酸钠。用20 mL正己烷预淋柱，弃去流出液。待液面降至无水硫酸钠上层时，将上述溶液倒入柱内，并用10 mL乙醚—正己烷（1+9）分数次洗涤离心管，倒入柱内，继用10 mL乙醚—正己烷（1+9）淋洗，弃去流出液。最后用丙酮—正己烷（1+9）洗脱层析柱，收集洗脱液50 mL于离心管中（流速约30滴/min，或约1.25mL/min），在45℃水浴中减压浓缩至近干。用1.0 mL正己烷溶解残渣，溶液供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 气相色谱条件

a) 色谱柱：石英毛细管柱，HP608，30 m×0.53mm（内径）×0.88μm（液膜厚度）或相当者；

b) 载气：氮气，纯度≥99.99%，2.5mL/min；

c) 辅助气：氮气，纯度≥99.99%，40mL/min；

d) 色谱柱温度：

程序升温：80℃保持0.5min，以10℃/min速度升至220℃，保持5min；

e) 进样口温度：250℃；

f) 检测器温度：300℃；

g) 进样量：1μL；

h) 进样方式：无分流或直接进样方式。

3.4.3.2 色谱测定

根据样液中被测农药含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作液和待测样液中利谷隆的响应值均应在仪器检测的线性范围内。标准工作液与样液应等体积参插进样测定。在上述色谱条件下，利谷隆的保留时间约为10.8min；标准品的色谱图见附录A中图A1。

3.4.4 空白试验

除不称取试样外，均按上述测定步骤进行。

3.5 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式（1）计算试样中利谷隆的残留含量：

$$X = \frac{h \cdot c \cdot V}{h_s \cdot m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：X—试样中利谷隆残留含量，mg/kg；

h—样液中利谷隆的色谱峰高，mm；

h_s—标准工作液中利谷隆的色谱峰高，mm；

c—标准工作液中利谷隆的浓度，μg/mL；

V—样液最终定容体积，mL；

m—最终样液所代表的试样量，g。

注：计算结果需将空白值扣除。

4 测定下限、回收率

4.1 测定下限

本方法的测定下限为0.05mg/kg。

4.2 回收率

利谷隆的添加浓度和回收率的实验数据：

0.05mg/kg时，回收率为99.0%；

0.20 mg/kg时，回收率为101.5%；

1.00 mg/kg时，回收率为99.9%。

附录 A
(提示的附录)
标准品色谱图

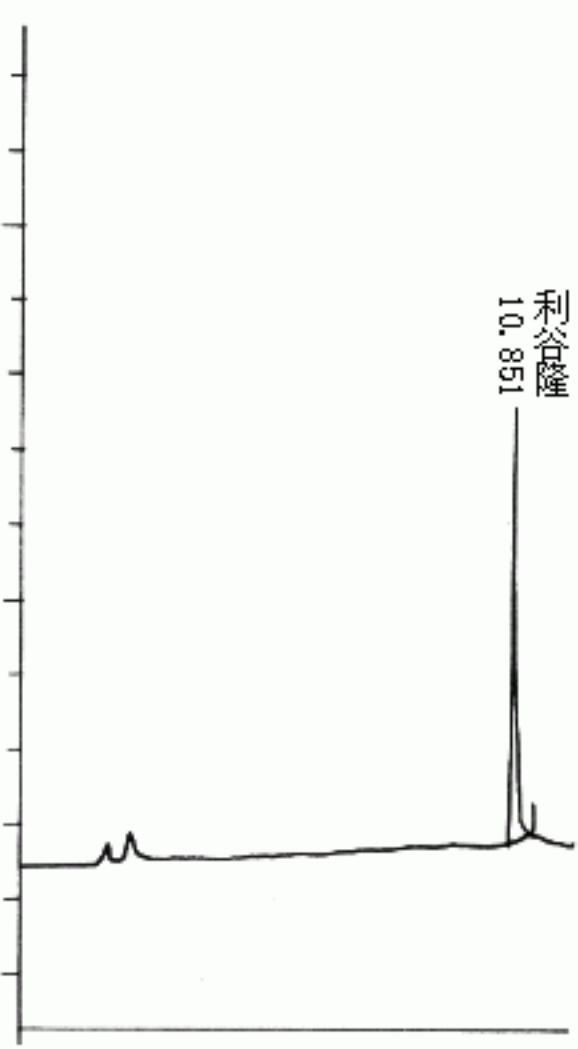


图 A1 利谷隆标准品的气相色谱图