

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/T 0001—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了国内外有关资料，经研究、改进和验证后制定的。在标准中同时制定了抽样和制样方法。

测定低限是根据国际上对肉及肉制品中残杀威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：蔡则慈、倪所路。

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残杀威残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口猪肉中残杀威残留量的检验。

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的特征，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	3
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，则可用灭菌后的锋利刀在抽出的包件中，每件割取不少于100 g，混合后置于清洁容器内，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

从原始样品中分取出约1kg，经捣碎机充分捣碎，混匀，均分成两份，分别装入清洁的容器内，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：在抽样和制样的操作过程中，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

试样中残留的残杀威用甲醇提取，提取液经与石油醚进行液-液分配净化。水相中被测物再用二氯甲烷提取，经脱水、浓缩后用配有氮磷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，水为蒸馏水。

3.2.1 甲醇：重蒸馏。

3.2.2 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，冷却后贮于密封容器中备用。

3.2.3 硫酸钠溶液：2%水溶液。

3.2.4 石油醚：60~90℃，重蒸馏。

3.2.5 二氯甲烷：与浓硫酸充分振荡后，重蒸馏。

3.2.6 正己烷：重蒸馏。

3.2.7 残杀威标准品：纯度≥99%。

3.2.8 残杀威标准溶液：准确称取适量的残杀威标准品，用苯配制成浓度为1.0 mg/mL的标准储备液，再根据需要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 气相色谱仪并配有氮磷检测器。

3.3.2 振荡器。

3.3.3 布氏漏斗。

3.3.4 分液漏斗。

3.3.5 水浴锅。

3.3.6 真空旋转蒸发器。

3.3.7 微量注射器：5μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取与净化

称取约10 g试样(精确至0.01g)置于250 mL锥形瓶中，加入50 mL甲醇，加塞在振荡器上振荡1h。用布氏漏斗抽滤，用20 mL甲醇分三次洗涤锥形瓶及残渣，过滤，合并滤液。将滤液移入250 mL分液漏斗中，用100 mL硫酸钠溶液(2%)分三次洗涤抽滤瓶，洗液并入上述分液漏斗。于分液漏斗中加入50 mL石油醚，充分振荡1min，静置分层。将下层水相放入另一250 mL分液漏斗中，弃去石油醚层。再用25mL石油醚同上操作一次。于水相中加入50 mL二氯甲烷，剧烈振荡2min后，静置分层。二氯甲烷层经无水硫酸钠柱滤入150 mL烧瓶中。再用2×25mL二氯甲烷提取，弃去水相，合并二氯甲烷相。

用少量二氯甲烷洗涤柱，洗液与提取液合并。于旋转蒸发器(水浴温度为50℃)上浓缩至近干，然后用氮气流吹干。用1.0 mL正己烷溶解残渣，溶液供气相色谱测定。

3.4.2 测定

3.4.2.1 气相色谱条件

- a) 色谱柱：石英毛细管柱，DB-1，10 m×0.32mm(内径)，液膜厚度1μm，或相当者；
- b) 载气：氮气，纯度≥99.99%，2mL/min；
- c) 氢气：4.25mL/min；
- d) 空气：175mL/min；
- e) 辅助气：氮气，纯度≥99.99%，25mL/min；
- f) 色谱柱温度：程序升温，80℃保持1min，以10℃/min的速度升至220℃，保持5min；
- g) 进样口温度：250℃；
- h) 检测器温度：300℃；
- i) 进样量：1μL；
- j) 进样方式：无分流，1min后开阀。

3.4.2.2 气相色谱测定

根据样液中被测农药含量情况，选定与样液峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和待测样液中农药的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对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，残杀威保留时间约为8.4min。标准品的色谱图见附录A中图A1。

3.4.3 空白试验

除不加试样外，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)计算试样中残杀威的残留含量：

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

式中：X—试样中残杀威残留含量，mg/kg；

h—样液中残杀威的色谱峰高，mm；

h<sub>s</sub>—标准工作液中残杀威的色谱峰高，mm；

c—标准工作液中残杀威的浓度，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 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法测定低限为0.05mg/kg。

4.2 回收率

猪肉中残杀威的添加浓度及其回收率的实验数据：

在0.05mg/kg时，回收率为106%；

在0.50 mg/kg时，回收率为94.8%；

在2.00 mg/kg时，回收率为90.5%。

附 录 A  
(提示的附录)  
标准品色谱图

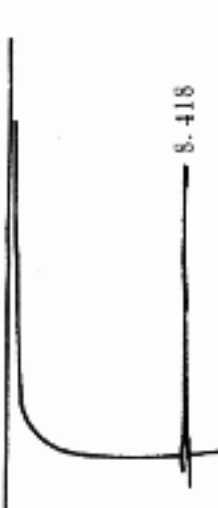


图 A1 残杀威标准品的色谱图