

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》的要求而进行编写的。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。本标准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敌草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山东进出口商品检验局负责起草。

本标准起草人：李军民、王亚文、曹生君、黄化成。

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敌草隆残留量检验的抽样、制样和液相色谱测定方法。

本标准适用于出口冻牛肉和清蒸牛肉罐头中敌草隆残留量的检验。

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	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。

2.3.1 肉及肉制品 (罐头除外)：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，则可用灭菌过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。

2.3.2 罐头：每件随机取一罐。

所抽取的样品应标明标记，及时送交实验室。

2.4 试样制备

2.4.1 肉及肉制品 (罐头除外)：从所取全部样品中取出有代表性样品约1kg，充分搅碎，混匀，均分成两份，分别装入洁净容器内作为试样。密封，标明标记。

2.4.2 罐头：将所取全部样品开罐后，充分搅碎、混匀，取出约1kg，装入洁净容器内作为试样，密封，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

试样中敌草隆残留用甲醇—乙腈 (1+1)提取，提取液经用石油醚脱脂，加水与氯化钠溶液后，再用三氯甲烷提取。提取液经浓缩。残渣用甲醇—乙腈 (1+1)溶解，溶液经中性氧化铝柱净化、定容后，用配有紫外检测器的高效液相色谱仪测定，用外标法定量。

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 乙腈：重蒸馏。

3.2.3 三氯甲烷：重蒸馏。

3.2.4 石油醚：重蒸馏。

3.2.5 无水硫酸钠：经650℃灼烧4h，冷却后置干燥器中备用。

3.2.6 氯化钠溶液：1%水溶液。

3.2.7 中性氧化铝：层析用，100～200目，经650℃灼烧4h，用前在130℃活化4h，冷却后置干燥器中备用。

3.2.8 敌草隆标准品：纯度≥98.0%。

3.2.9 敌草隆标准溶液：准确称取适量的敌草隆标准品，用甲醇—乙腈 (1+1)配成浓度为200μg/mL的标准储备液。再根据需要用甲醇—乙腈 (1+1)稀释成适当浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器。

3.3.2 高速捣碎机。

3.3.3 振荡器。

3.3.4 旋转蒸发器。

3.3.5 中性氧化铝柱：称取1g中性氧化铝放入末端塞有脱脂棉的小柱 (10 cm×5mm)内，用前用6—8mL甲醇—乙腈 (1+1)预淋洗。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取约10g试样 (精确至0.1g)置于研钵中，加少许甲醇—乙腈 (1+1)，经充分研磨后，用50 mL甲醇—乙腈 (1+1)将试样转移至250 mL具塞锥形瓶中，摇匀后，于振荡器上振荡20min。将提取液用滤纸过滤至125mL分液漏斗中，再用15mL甲醇—乙腈 (1+1)分数次洗涤，合并滤液及洗液。用3×25mL石油醚洗涤，每次充分振荡，静置分层，弃去石油醚层。然后加22mL水及3mL氯化钠溶液，用3×25mL三氯甲烷提取，合并三氯甲烷提取液，并通过3g无水硫酸钠柱脱水后，收集于250 mL梨形瓶中。于45℃水浴下旋转蒸发至干，加入4mL甲醇—乙腈 (1+1)以溶解残渣。

3.4.2 净化

将上述溶液通过中性氧化铝柱，用4mL甲醇—乙腈 (1+1)分数次洗涤烧瓶和柱。收集全部流出液。

用甲醇—乙腈 (1+1)定容至10 mL，混匀。供液相色谱测定用。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a) 色谱柱：ODS柱，1.5cm×4.6mm；

b) 流动相：甲醇—水 (1+1)；

c) 流速：0.7mL/min；

d) 检测波长：245nm；

e) 进样量：10μL。

3.4.3.2 色谱测定

根据样液中敌草隆含量情况，选定峰面积与样液相近的标准工作溶液，标准工作溶液和样液中敌草隆响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作溶液和样液等体积参插进样测定。在上述色谱条件下，敌草隆的保留时间约为12min。标准品的色谱图见附录A中图A1。

3.5 空白试验

除不称取试样外，均按上述测定步骤进行。

3.6结果计算与表述

用色谱数据处理机或按式 (1)计算试样中敌草隆的残留含量：

$$X = \frac{A_c \cdot V}{A_s \cdot m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：X—试样中敌草隆残留含量，mg/kg；

h—样液中敌草隆的色谱峰面积，mm²；

h_s—标准工作液中敌草隆的色谱峰面积，mm²；

c—标准工作液中敌草隆的浓度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：计算结果需扣除空白值。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法的测定限为0.04mg/kg。

4.2 回收率

冻牛肉及清蒸牛肉罐头中敌草隆添加浓度及其回收率的实验数据如下。

4.2.1 冻牛肉中的回收率

在0.04mg/kg时，回收率为77.3%；

在0.50 mg/kg时，回收率为85.6%；

在1.00 mg/kg时，回收率为93.5%。

4.2.2 清蒸牛肉罐头中的回收率

在0.04mg/kg时，回收率为76.9%；

在0.50 mg/kg时，回收率为93.4%；

在1.00 mg/kg时，回收率为86.6%。

附 录 A
(提示的附录)
标准品色谱图

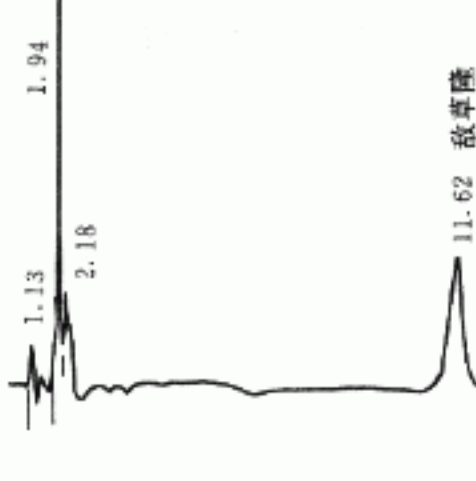


图 A1 敌草隆标准品的液相色谱图