

前言

本标准是根据GB/T1.1—1 993《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—1 995《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、改进和验证后而制定的。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七氯和环氧七氯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。
- 本标准起草单位：中华人民共和国江西进出口商品检验局。
- 本标准主要起草人：黎双珍、施小珊。
- 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七氯和环氧七氯残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口猪肉中七氯和环氧七氯残留量的检验。

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
6~100	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，则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

试样中七氯、环氧七氯用丙酮—正己烷提取，提取液经弗罗里硅柱净化，用乙醚—正己烷洗脱，洗脱液经浓缩、定容后，用配有电子俘获检测器的气相色谱仪进行测定，外标法定量。

3.2 试剂材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

3.2.1 丙酮：重蒸馏。

3.2.2 正己烷：重蒸馏。

3.2.3 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，使用前在130℃烘5h，贮于干燥器中备用。

3.2.4 苯：重蒸馏。

3.2.5 弗罗里硅土：层析用，60~100目，650℃灼烧4h，使用前在130℃烘5h，贮于干燥器中，可用2天。

3.2.6 乙醚—正己烷(3+17)。

3.2.7 丙酮—正己烷(2+8)。

3.2.8 七氯、环氧七氯标准品：纯度≥99.5%。

3.2.9 七氯、环氧七氯标准溶液：准确称取适量的七氯、环氧七氯标准品，分别用苯配成0.10 mg/mL储备液，根据需要再用正己烷稀释成适当浓度的混合标准工作液。

3.3 仪器设备

3.3.1 气相色谱仪：配有电子俘获检测器(ECD)。

3.3.2 快速混匀器。

3.3.3 离心机：3000r/min。

3.3.4 具塞离心管：5，10，15，50 mL。

3.3.5 尖嘴吸管。

3.3.6 净化柱：玻璃柱，20 cm×1.5cm(内径)，于柱下端填少量脱脂棉，依次装入2cm高的无水硫酸钠、5g弗罗里硅土和2cm高的无水硫酸钠，使用前制备。

3.3.7 微量注射器：10μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取与净化

称取2g(精确至0.01g)试样于15mL离心管中，加入3mL丙酮—正己烷，在混匀器中快速混匀1min。离心3min，用尖嘴吸管将丙酮—正己烷提取液转入另一具塞离心管中。再用3mL丙酮—正己烷提取一次。合并丙酮—正己烷提取液，于60℃浴温并通氮气浓缩至1mL。将已制备好的净化柱用15mL乙醚—正己烷进行预淋洗，待液面下降至上层无水硫酸钠表面时，弃去流出液。将提取液倒入柱内，用乙醚—正己烷洗涤器皿，并移入柱中，继用乙醚—正己烷洗脱，收集洗脱液40mL于离心管内。于60℃浴温并通氮气浓缩至近干，用1.00 mL正己烷定容，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：HP—1柱，5m×0.53mm(内径)×2.65μm；
- b)进样口温度：210℃；
- c)色谱柱温度：170℃；
- d)检测器温度：300℃；
- e)载气：氮气，纯度≥99.99%，3mL/min；尾吹气流速，37mL/min；
- f)进样方式：不分流进样；
- g)进样量：1μL。
- 3.4.2.2 色谱测定

根据样液中七氯、环氧七氯含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液，标准工作溶液和样液中七氯、环氧七氯响应值均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，七氯保留时间约为6.3min，环氧七氯保留时间约为10.6min。

3.4.3 空白试验

除不加试样外，按上述测定步骤进行。

3.4.4 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中七氯、环氧七氯残留含量：

$$X=\frac{h\cdot c\cdot V}{h_s\cdot m}$$

..... (1)

式中：X—试样中七氯或环氧七氯的含量，mg/kg；

h—样液中七氯或环氧七氯的峰高，mm；

h_s—标准工作溶液中七氯或环氧七氯的峰高，mm；

c—标准工作溶液中七氯或环氧七氯的浓度，μg/mL；

V—样液最终定容体积，mL；

m—称取的试样量，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

本方法的测定低限为0.04mg/kg。

4.2 回收率

猪肉中七氯和环氧七氯添加浓度及其回收率的实验数据：

七氯浓度在0.04mg/kg时，回收率为94.1%；

七氯浓度在0.20 mg/kg时，回收率为89.5%；

七氯浓度在1.00 mg/kg时，回收率为99.3%；

环氧七氯浓度在0.04mg/kg时，回收率为91.9%；

环氧七氯浓度在0.20 mg/kg时，回收率为93.8%；

环氧七氯浓度在1.00 mg/kg时，回收率为97.2%。

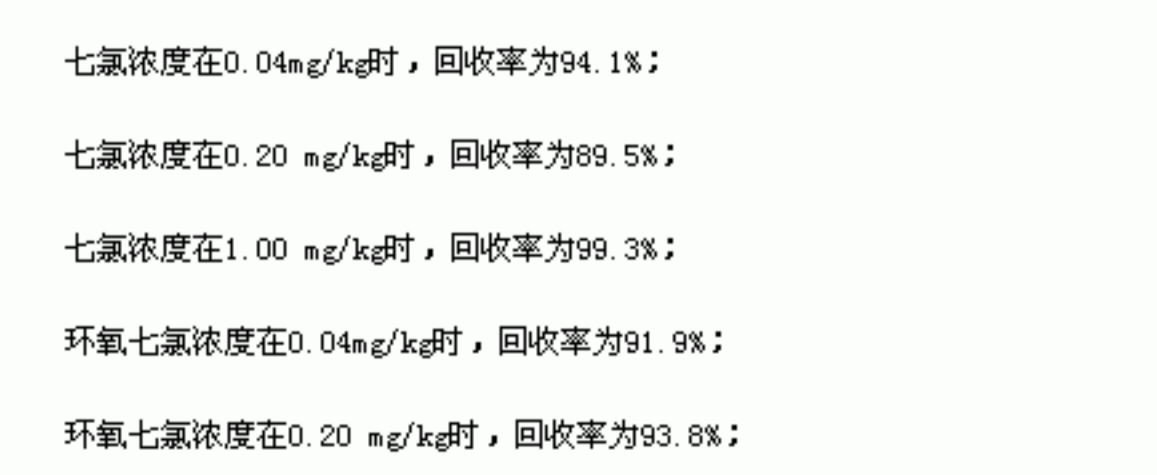


图 A1 七氯及环氧七氯标准品色谱图