

前言

本标准是根据GB/T 1.1—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定菌磷残留量的最高限量和测定方法的灵敏度而制定的。

本标准附录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：倪昕路、蔡则慈。

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定菌磷残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口猪肉中定菌磷残留量的检验。

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。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，作为混合原始样品。混合原始样品的重量不少于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1 kg，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
- 试样中残留的定菌磷用丙酮-正乙烷回流提取，提取液经与乙腈进行液-液分配后，使被测物进入乙腈相。乙腈相经用硫酸钠溶液稀释后与正己烷进行液-液分配，使被测物进入正己烷相。正己烷溶液再经弗罗里硅土柱净化后，用配有火焰光度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 丙酮：重蒸馏。
- 3.2.2 正己烷：重蒸馏。
- 3.2.3 乙腈。
- 3.2.4 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，冷却后贮于密封容器中备用。
- 3.2.5 硫酸钠溶液：2% 水溶液。
- 3.2.6 弗罗里硅土：60～100目，650℃灼烧4h，用前于130℃烘4h，置于干燥器中备用。
- 3.2.7 硅藻土：Celite 545，60～80目。
- 3.2.8 定菌磷标准品：纯度≥99%。
- 3.2.9 定菌磷标准溶液：称取适量的定菌磷标准品(准确至0.1mg)，用正己烷配制成浓度为1.0 mg/mL的标准贮备液，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 气相色谱仪并配有火焰光度检测器，磷滤光片(526nm)。
- 3.3.2 索氏抽提器。
- 3.3.3 旋涡混合器。
- 3.3.4 离心机。
- 3.3.5 真空旋转蒸发器。
- 3.3.6 试管：具塞，10 mL。
- 3.3.7 离心管：具塞，60 mL。
- 3.3.8 水浴锅。
- 3.3.9 净化柱：20 cm×1.8cm(内径)，在柱底部垫少量脱脂棉，依次装入少量无水硫酸钠、2g弗罗里硅土及0.5g硅藻土的混合物、1cm高的无水硫酸钠，充分装实。
- 3.3.10 无水硫酸钠小柱。
- 3.3.11 微量注射器：10 μL或5 μL。
- 3.4 测定步骤
- 3.4.1 提取
- 称取约10 g试样(精确至0.01g)于研钵中，加约30 g无水硫酸钠，研磨至于松状。装入滤纸筒中，于索氏抽提器内加入130 mL丙酮—正己烷(30+100)，回流抽提2h。取出滤纸筒，将溶液浓缩至约40 mL，经无水硫酸钠小柱滤入50 mL容量瓶，并用少量正己烷洗涤小柱，合并于容量瓶中，并用正己烷定容至刻度。
- 3.4.2 净化
- 准确吸取5mL提取液于试管中，加5mL经正己烷饱和的乙腈，在旋涡混合器上强烈混匀2min，离心(转速为3000 r/min)1min后，用滴管将乙腈层吸入离心管中。再用5mL、2mL经正己烷饱和的乙腈重复以上操作。合并乙腈相，弃去正己烷相。于乙腈相中加入8mL经乙腈饱和的正己烷，强烈混匀1min，离心(转速为3000 r/min)1 min后，弃去正己烷层，再用8mL经乙腈饱和的正己烷重复操作一次。在乙腈相中加入25mL硫酸钠溶液(2%)及10 mL经乙腈饱和的正己烷，强烈混匀2min，经离心(转速为3000 r/min)1min后，将正己烷层吸入另一离心管中。再用2×10 mL经乙腈饱和的正己烷重复操作，弃去水相，合并正己烷相。于合并的正己烷相中加入20 mL硫酸钠溶液(2%)混匀0.5min，离心(转速为3000 r/min)1min后，弃去水相。再用20 mL硫酸钠溶液(2%)重复操作一次。将正己烷相经无水硫酸钠小柱滤入离心管中。用少量正己烷洗涤小柱，合并正己烷溶液。用真空旋转蒸发器(水浴50℃)浓缩至约1mL。
- 取净化柱用15mL正己烷预淋，待液面与柱填充料表面相平时，将浓缩液移入柱中。待液面与柱填充料表面相平时，用5mL丙酮—正己烷(10+90)淋洗离心管并将洗液移入柱中，弃去流出液。即用30 mL丙酮—正己烷(10+90)进行洗脱，收集全部洗脱液。于真空旋转蒸发器中(水浴50℃)浓缩至近干，然后用氮气流吹干。以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，25m×0.53mm(内径)，农残1号(兰州化学物理研究所)或相当者；
- b)载气：氮气，纯度≥99.99%，10 mL/min；
- c)氢气：75mL/min；
- d)空气：100mL/min
- e)色谱柱温度：程序升温，190℃保持1min，以10℃/min的速度升至240℃，保持5min；
- f)进样口温度：250℃；
- g)检测器温度：280℃；
- h)进样量：1～5 μL。
- 3.4.3.2 气相色谱测定
- 根据样品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进样测定。在上述色谱条件下，定菌磷保留时间约为6.6min。标准品色谱图见附录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)计算试样中定菌磷的残留含量：

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

式中：X—试样中定菌磷残留含量，mg/kg；

h—样液中定菌磷的色谱峰高，mm；

h_s—标准工作液中定菌磷的色谱峰高，mm；

c—标准工作液中定菌磷的浓度，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
- 猪肉中定菌磷的添加浓度及其回收率的实验数据：
- 在0.05mg/kg时，回收率为95.8%；
- 在0.50 mg/kg时，回收率为98.4%；
- 在2.00mg/kg时，回收率为98.8%。

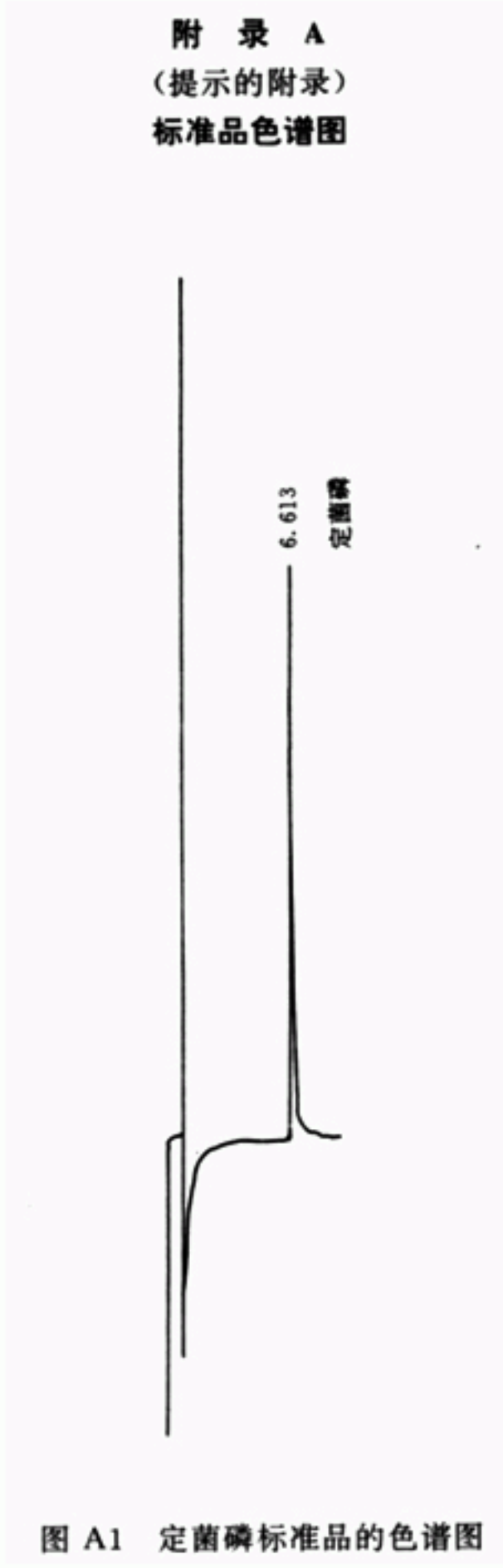


图 A1 定菌磷标准品的色谱图