SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0125—92

出口肉及肉制品中敌百虫残留量的检验方法

Method for determination of trichlorfon residues in meat and meat product for export

1992-12-25发布　　1993-05-01实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局　发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口肉及肉制品中敌百虫残留量的检验方法

SN 0125—92

Method for determination of trichlorfon residues in meat and meat product for export

代替 ZB X71 002—87
ZB X22 009—88

检验方法 I

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口肉和肉罐头中敌百虫残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口冻分割肉、清蒸猪肉罐头中敌百虫残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过5 000箱商品为一检验批。

同一检验批的商品应具有同一的特征，如包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 样本大小

检验批中的件数	最少抽样件数
500箱及以下	取5箱
501～1 000箱	取7箱
1 001～3 000箱	取11箱
3 001～4 000箱	取13箱
4 001～5 000箱	取15箱

2.3 抽样工具和方法

2.3.1 肉：每箱取样一包，去掉塑料薄膜，从每包肉样取肉渣或肉块不少于25 g，总样量不少于 1 kg，装入塑料袋内并填写标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、抽样人。及时送交实验室。

2.3.2 罐头：每箱取一罐，并填写标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、抽样人，然后送交实验室。

2.4 试样的制备

2.4.1 肉：将所取全部样品，缩分出具有代表性样品不少于500 g，充分搅碎混匀，装入清洁容器内，密封，冷藏(－18℃)。

2.4.2 罐头：将所取全部样品整罐倒出，缩分出具有代表性样品不少于 500 g，充分搅碎混匀，装入清洁容器内，密封，冷藏(－18℃)。

中华人民共和国国家进出口商品检验局1992-12-25批准　　1993-05-01实施

注：在抽样和制样的操作中，必须防止样品受到污染或者发生变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

用乙腈提取动物性试样中残留敌百虫，用石油醚以液-液分配对脂溶性杂质进行净化。再以乙醚提取敌百虫，并将水溶性杂质除去。浓缩提取液，用气相色谱电子俘获检测器检测，外标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 乙腈：分析纯，重蒸馏。

3.2.2 石油醚：重蒸馏，收集65～75℃馏份。

3.2.3 乙醚：分析纯，重蒸馏。

3.2.4 苯：优级纯，重蒸馏。

3.2.5 无水硫酸钠：分析纯。经650℃灼热 4 h。于干燥器内贮存。

3.2.6 氯化钠：分析纯。

3.2.7 敌百虫标准品：纯度≥99%。

3.2.8 敌百虫标准溶液：准确称取敌百虫标准品(3.2.7)，以苯为溶剂配制成浓度为0.1 mg/mL 标准储备溶液。使用时稀释成适宜浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配备电子俘获检测器。

3.3.2 组织捣碎机。

3.3.3 锥形瓶：250 mL(24号标准口)。

3.3.4 茄形瓶：250 mL (24号标准口)。

3.3.5 分液漏斗：250 mL (梨形)。

3.3.6 全玻璃蒸馏装置。

3.3.7 微量注射器：10 μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取和净化：称取样品 10.0 g，于锥形瓶内(3.3.3)，加乙腈(3.2.1)50 mL，振荡15 min，过滤，用 50 mL 乙腈分3次洗涤样渣及容器，洗液收集于茄形瓶中，加入约 25 mL 水，以氮气或空气流在40～45℃ 水浴中，蒸除乙腈，用 50 mL 量筒测量余水体积后，移入分液漏斗中，为使上述余水总体积为50 mL，用应补充的水，分3次洗涤茄形瓶及量筒，将洗液并入上述分液漏斗中，加入 50 mL 石油醚(3.2.2)，振荡 30 s，静置 1 h 以上，弃去石油醚层，将下层水和乳化层，放入干净分液漏斗中，加入50 mL 石油醚(3.2.2)振摇 1 min，静置分层，取下面水层 25 mL(相当 5g 样品)，置于干净的分液漏斗中，加入 7～7.5 g 氯化钠(3.2.6)，待溶解后，用 100 mL 乙醚(3.2.3)分2次提取，每次 1 min 静置分层，弃去水层，合并乙醚于锥形瓶中，加入 15～20 g 无水硫酸钠(3.2.5)，经摇后，将乙醚层定量转移至干净茄形瓶中，以氮气或空气流在 40℃ 水浴中，蒸除乙醚，当剩余至约 5mL 时，再缓缓蒸至近干。加 5 mL苯(4.2.4)，轻轻摇匀，供色谱测定。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃柱，2 m×2.6 mm(内径)，填充物为2.5%OV-17和3.3%QF-1/Chromosorb W-HP(80～100筛目)；

b. 色谱柱温度：65℃；

c. 汽化室温度：270℃；

d. 检测器温度：300℃；

e. 载气：高纯氮气纯度＞99.99%，15 mL/min；

在上述操作条件下，敌百虫在汽化室中定量转化为三氯乙醛，其保留时间约为 3 min。

3.4.3 色谱测定：用微量注射器(3.3.7)，分别准确吸取上述3.4.1条样液和与样品峰高相近的标准工作溶液 2 μL，进行气相色谱分析。实际应用的标准工作溶液及待测样液中被测组分响应值均应在检测器的线性范围内。

3.4.4 空白试验：按上述有关步骤进行试剂空白试验。

3.5 结果计算

应用色谱数据处理机，以外标法计算敌百虫含量，或分别量取标准工作溶液及样液的被测组分峰高，按下式计算：

$$敌百虫含量(mg/kg) = \frac{h \cdot c \cdot V}{h' \cdot m}$$

式中：h——样液中农药的峰高，mm；

h'——标准工作溶液中农药的峰高，mm；

c——标准工作溶液中农药浓度，μg/mL；

V——样液定容体积，mL；

m——样品量，g。

注：计算结果需将空白值扣除。

检验方法Ⅱ

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口牛肉中敌百虫残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口牛肉中敌百虫残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过5 000箱为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同的包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 样本大小

检验批中的件数	最低抽取件数
500箱及以下	取5箱
501～1 000箱	取7箱
1 001～3 000箱	取11箱
3 001～4 000箱	取13箱
4 001～5 000箱	取15箱

2.3 抽样工具和方法

每箱取样一包，去掉塑料薄膜，从每包中抽取肉样100～200 g，总样量不少于 1 kg，放入清洁的容器中，并填写样品标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、抽样人，送交实验室。

2.4 实验室试样制备

将收到的实验室样品，缩分出具有代表性试样不少于 500 g，装入清洁容器内。在试样标签上注明品名、报验号、申请单位、取样人及日期等，保存在0℃以下，待测。

注：在抽样和制样的操作中，必须防止样品受到污染和发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

用乙腈-水溶液提取试样，加入乙酸锌消除脂肪，乙酸乙酯萃取，萃取液经浓缩、过滤、定容后，注入配有火焰光度检测器的气相色谱测定，外标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 乙腈：分析纯。重蒸馏。

3.2.2 蒸馏水：重蒸馏。

3.2.3 乙酸乙酯：分析纯。重蒸馏。

3.2.4 无水硫酸钠：分析纯。650℃灼热 4 h。贮于干燥器中备用。

3.2.5 乙酸锌：分析纯。

3.2.6 敌百虫标准品：纯度大于99%。

3.2.7 乙腈-水溶液(1+1)。

3.2.8 饱和乙酸乙酯溶液：用无水硫酸钠溶液(3.2.9)饱和。

3.2.9 无水硫酸钠溶液(20 g/L)：将 2 g 灼烧过的无水硫酸钠(3.2.4)溶于 100 mL 蒸馏水中，使用前，用乙酸乙酯饱和。

3.2.10 敌百虫标准溶液：准确称取适量的敌百虫标准品(3.2.6)，用乙酸乙酯配制成浓度为 1 mg/mL 的标准储备溶液。根据需要再配制成适宜浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪配有火焰光度检测器，磷滤光片 526 mm。

3.3.2 组织捣碎机。

3.3.3 旋转蒸发器。

3.3.4 微量注射器：10 μL。

3.3.5 振荡器。

3.3.6 无水硫酸钠柱：筒形漏斗 15cm×1.5 cm(内径)，内装 5 cm 高无水硫酸钠。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取：称取20.0 g 试样，置于具塞锥形瓶中，加 100 mL 乙腈-水溶液(3.2.7)和1.0 g 乙酸锌(3.2.5)，在振荡器上振荡 45 min，通过定性滤纸过滤，收集滤液于锥形瓶中。

3.4.2 净化：用移液管准确移取 50 mL 滤液于盛有 100 mL 硫酸钠溶液(3.2.9)的分液漏斗中，分别用 100 mL、50 mL、50 mL 饱和乙酸乙酯(3.2.8)萃取三次，合并萃取液，在55℃下，用旋转蒸发器浓缩至 15 mL 左右，将浓缩液通过硫酸钠柱(3.3.6)，用乙酸乙酯(3.2.3)定容至 25 mL，供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃柱，2m×2.6mm(内径)，填充物为5% Carbowax-20M 涂于 Chrom Q(80～100筛目)上；

b. 色谱柱温度：170℃；

c. 检测器温度：270℃；

d. 进样口温度：270℃；

e. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，25 mL/min；

f. 氢气：纯度大于>99.9%，82.5 mL/min；

g. 空气：47.5 mL/min。

在上述操作条件下，敌百虫的保留时间约为1.24 min。

3.4.3.2 色谱测定：用微量注射器准确吸取适量的样液注入气相色谱仪，并测量其峰高，用相应的工作曲线估计样液中农药的大约浓度，然后取与样液中农药浓度最相近的标准工作溶液，同时进行色谱测定。

3.4.4 空白试验：按上述有关步骤进行试剂空白试验。

3.5 结果计算

用色谱数据处理机或下列公式计算含量：

$$x = \frac{h_1 \cdot c \cdot V}{h_2 \cdot m}$$

式中：x——敌百虫残留量，mg/kg；

h_1——样液中农药的峰高，mm；

h_2——标准工作溶液中农药峰高，mm；

c——标准工作溶液中农药浓度，ng/μL；

V——样液定容体积，mL；

m——所取试样的质量，g。

注：计算结果需将空白值扣除。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国天津进出口商品检验局、吉林进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人富恩承、穆乃强、孙兆芬、王明泰、杨英华、许晓村。