

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出口肉及肉制品中丁烯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：葛修丽。

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丁烯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丁烯磷残留量的检验。

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

试样中残留的丁烯磷用乙腈-水提取，提取液再用三氯甲烷液-液分配净化提取。三氯甲烷提取液经浓缩，残渣用正己烷浸出并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 乙腈。

3.2.2 三氯甲烷：重蒸馏。

3.2.3 正己烷：重蒸馏。

3.2.4丙酮：重蒸馏。

3.2.5 乙酸锌。

3.2.6 乙腈-水 (1+1)。

3.2.7 丙酮-正己烷 (5+95)。

3.2.8 丙酮-正己烷 (20+80)。

3.2.9 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，冷却后贮于密闭容器中备用。

3.2.10 助滤剂：CeLite 545，使用前用乙腈-水 (1+1)洗涤两次，每次浸泡半小时。

3.2.11 弗罗里硅土：80~100目，650℃灼烧4h，冷却后贮于密闭容器中。使用前在130℃下烘4h，冷却后加入5%水脱活，加盖振荡，在密闭容器中存放12h后并在36h内使用。

3.2.12 硫酸钠溶液：20 g/L水溶液。

3.2.13 丁烯磷标准品：纯度≥99%。

3.2.14 丁烯磷标准溶液：准确称取适量的丁烯磷标准品，用丙酮配制成浓度为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 气相色谱仪并配有火焰光度检测器，磷滤光片 (526nm)。

3.3.2 振荡器。

3.3.3 离心机。

3.3.4 真空旋转蒸发器。

3.3.5超声波提取器。

3.3.6 混合器。

3.3.7 水浴锅。

3.3.8 布氏漏斗。

3.3.9 离心管：玻璃，具塞，50mL。

3.3.10 层析柱：16cm×1.6cm (内径)，具砂芯。柱内先装1.5g无水硫酸钠，再装2.0 g弗罗里硅土，顶部再装2.5g无水硫酸钠。

3.3.11 微量注射器：10μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取约16g试样 (精确至0.1g)于150 mL的锥形瓶中，加入70 mL乙腈-水 (1+1)和1.0 g乙酸锌，加塞，先在振荡器上振荡45min。再放在超声波提取器中抽提10min。样液通过均匀铺盖约1.5g助滤剂的布氏漏斗抽滤。用3×10 mL乙腈洗涤瓶中的残渣，每次放入超声波提取器中抽提1min，以后同上操作。合并滤液于100 mL容量瓶中，用乙腈-水 (1+1)稀释至刻度。样液再经干滤纸快速过滤，弃去前段10mL滤液后收集约30 mL滤液。

准确量取25mL滤液于离心管中，加入10mL硫酸钠溶液及5mL三氯甲烷。加塞在混合器上混合2min后，于3000 r/min下离心2min。用滴管将下层三氯甲烷移入离心管中。于原溶液中再分别加入3mL、2mL三氯甲烷，以后同上操作。合并三氯甲烷层，在50℃下，用旋转蒸发器减压浓缩近干后用空气流浓缩至干，加入2mL正己烷以溶解残渣。

3.4.2 净化

在层析柱中，加入20 mL正己烷，待液面降至无水硫酸钠层时，将上述溶液加入柱中，待液面降至无水硫酸钠层时，用5mL正己烷洗涤器皿，加入柱内，继续用15mL丙酮-正己烷 (5+95)淋洗，弃去以上流出液。最后用30 mL丙酮-正己烷 (20+80)洗脱 (流速约1.5mL/min)，收集洗脱液于离心管中，在40℃下用旋转蒸发器减压蒸发至干。准确加入1mL正己烷以溶解残渣，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，农残1号 (兰州化学物理研究所)，25m×0.53mm (内径)，或相当者；
- b) 载气：氮气，纯度≥99.99%，10mL/min；
- c) 尾吹气：氮气，纯度≥99.99%，20mL/min；
- d) 氢气：75mL/min；
- e) 空气：100mL/min；
- f) 色谱柱温度：程序升温，180℃保持1min，以10℃/min速度升至220℃，恒温至峰出完；
- g) 进样口温度：220℃；
- h) 检测器温度：280℃；
- i) 进样量：1~5μL。

3.4.3.2 色谱测定

根据样液中丁烯磷含量情况，选定峰高与样液相近的标准工作溶液。标准工作液和样液中丁烯磷的响应值均应在仪器检测的线性范围内。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，丁烯磷的保留时间约为3.9min。标准品的色谱图见附录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)计算试样中丁烯磷的残留含量：

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

式中：X—试样中丁烯磷残留含量，mg/kg；

h—样液中丁烯磷的色谱峰高，mm；

h_s—标准工作液中丁烯磷的色谱峰高，mm；

c—标准工作液中丁烯磷的浓度，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

本方法的测定低限为0.02mg/kg。

4.2 回收率

猪肉中丁烯磷的添加浓度及其回收率的实验数据：

0.02mg/kg时，回收率为97.0%；

0.05mg/kg时，回收率为100%；

2.00mg/kg时，回收率为102%。

附录A
(提示的附录)
标准品色谱图



图 A1 丁烯磷标准品的色谱图