

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0208—93

出口肉中十种磺胺残留量检验方法

Method for determination of 10 sulfonamides
residues in meat for export

1993-06-04 发布

1993-08-01 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

出口肉中十种磺胺残留量检验方法

SN 0208—93

Method for determination of 10 sulfonamides
residues in meat for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口肉中十种磺胺残留量检验的抽样、制样和液相色谱测定方法。

本标准适用于出口猪肉中十种磺胺残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 2 500 件为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同特征,如包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2 抽样数量

检验批中的件数	最少抽样件数
1~25	1
26~100	5
101~250	10
251~500	15
501~1 000	17
1 001~2 500	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。每件至少取一袋作为原始样品。原始样品总量不少于 2 kg,放入清洁容器内,加封后,标明标记,及时送实验室。

2.4 试样制备

从每袋原始样品中取出部分代表性样品,将可食部分放入高速组织捣碎机中捣碎,充分混匀,用四分法缩分出不少于 500 g,装入清洁的容器内,加封后,标明标记。

2.5 试样保存

样品应于-18℃冷冻保存。

注:在抽样及制样过程中,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

肉中十种磺胺的残留量用乙腈-氯仿混合溶剂提取,用具紫外检测器的高效液相色谱仪检测,外标

法定量。

3.2 试剂和材料

- 3.2.1 乙腈:分析纯。
- 3.2.2 氯仿:分析纯。
- 3.2.3 正己烷:分析纯。
- 3.2.4 无水硫酸钠:分析纯。
- 3.2.5 乙腈-氯仿混合溶剂(10+1)。
- 3.2.6 乙腈-氯仿混合溶剂(1+2)。
- 3.2.7 硫酸钠溶液:10%水溶液(m/V)。
- 3.2.8 硫酸钠溶液:2%水溶液(m/V)。
- 3.2.9 流动相:乙腈+乙酸+水(18+1+81)。
- 3.2.10 标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。
 - a. 磺胺;
 - b. 磺胺嘧啶;
 - c. 磺胺吡啶;
 - d. 磺胺噻唑;
 - e. 磺胺甲嘧啶;
 - f. 磺胺甲噻二唑;
 - g. 磺胺二甲嘧啶;
 - h. 磺胺氯哒嗪;
 - i. 磺胺甲基异噻唑;
 - j. 磺胺二甲异噻唑。

3.2.11 标准溶液

- 3.2.11.1 标准储备液:准确称取10种磺胺标准品各10.0 mg,分别入各自的100 mL容量瓶,用乙腈溶解,并用乙腈稀释定容,混匀。即得10种磺胺标准储备液。每种磺胺标准品的浓度为100 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 3.2.11.2 混合标准中间液:分取10种磺胺标准储备液各2.5 mL,入100 mL容量瓶,用流动相稀释定容,即得混合标准溶液。该混合标准溶液含每种磺胺2.5 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 3.2.11.3 混合标准工作液:分取20,50,100,200 μL 混合标准中间液,分别用流动相稀释定容至1 mL,即得混合标准工作液。该混合标准工作液含每种磺胺分别为0.05,0.125,0.25,0.50 $\mu\text{g/mL}$ 。该工作液当日新配。

3.3 仪器和设备

- 3.3.1 液相色谱仪并配有紫外检测器。
- 3.3.2 多功能电搅机或相当的仪器。
- 3.3.3 涡流混匀器。
- 3.3.4 超声波发生器。
- 3.3.5 离心机。
- 3.3.6 离心管:15 mL。
- 3.3.7 高速台式离心机。
- 3.3.8 气流加热快速浓缩装置。
- 3.3.9 微量可调移液管。
- 3.3.10 尖嘴吸液管。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取及净化