

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0343—95

出口禽肉中溴氰菊酯 残留量检验方法

Method for the determination of deltamethrin
residues in poultry meat for export

1995-05-29 发布

1995-11-01 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

出口禽肉中溴氰菊酯 残留量检验方法

SN 0343—95

Method for the determination of deltamethrin
residues in poultry meat for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口禽肉中溴氰菊酯残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。
本标准适用于出口鸡肉中溴氰菊酯残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 2 500 件商品为一检验批。

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
501~1 000	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 500 g(或一袋)作为原始样品,原始样品总量不少于 2 kg,放入洁净容器内,加封,标明标记,及时送交实验室。

2.4 试样制备

从原始样品中取出部分有代表性样品,将可食部分放入高速组织捣碎机捣碎、充分混匀,用四分法缩分出不少于 1 kg 试样,装入洁净容器内,加封,标明标记。

2.5 试样保存

将试样于-18℃以下冷冻保存。

注:在抽样及制样的操作过程中,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

用石油醚-乙醚混合溶剂提取试样中的溴氰菊酯,经石油醚-乙腈液-液分配,佛罗里硅土柱净化后,用气相色谱电子俘获检测器进行测定,外标法定量。

3.2 试剂和材料

- 3.2.1 无水硫酸钠:分析纯,经 650℃灼烧 4 h,置于干燥器内备用。
- 3.2.2 石油醚:分析纯,经全玻璃系统重蒸馏,收集 68~78℃馏分。
- 3.2.3 乙醚:分析纯,经全玻璃系统重蒸馏。
- 3.2.4 乙腈:分析纯,经全玻璃系统重蒸馏。
- 3.2.5 正己烷:分析纯,经全玻璃系统重蒸馏。
- 3.2.6 助滤剂:硅藻土(Celite)545。
- 3.2.7 弗罗里硅土(Florisil):层析用,60~100 目。经 130℃烘 5 h,贮存于干燥器中备用。
- 3.2.8 溴氰菊酯标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.2.9 溴氰菊酯标准溶液:准确称取适量的溴氰菊酯标准品,用正己烷配成浓度为 0.10 mg/mL 的标准贮备液,用时再根据需要用正己烷稀释至适当浓度的标准工作液。

3.3 仪器和设备

- 3.3.1 气相色谱仪:配备电子俘获检测器。
- 3.3.2 微量注射器:1 μL 、10 μL 。
- 3.3.3 高速组织捣碎机。
- 3.3.4 振荡器。
- 3.3.5 旋转蒸发器。
- 3.3.6 恒温水浴锅。
- 3.3.7 梨形瓶:200 mL(24 号磨口)。
- 3.3.8 分液漏斗:125 mL。
- 3.3.9 锥形瓶:250 mL,具磨口塞。
- 3.3.10 全玻璃蒸馏系统。
- 3.3.11 净化柱:250 mm \times 20 mm(内径)玻璃柱,柱底填约 0.5 cm 高的脱脂棉,干法装入 10 cm 高的弗罗里硅土(3.2.7),上填约 3 g 无水硫酸钠(3.2.1)。用前经 40 mL 石油醚预淋洗。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取经匀质后的试样 20 g(精确到 0.01 g)置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 3 g 助滤剂及适量无水硫酸钠(约 40 g)。振摇分散后,加入 100 mL 石油醚-乙醚(1+1),振荡 30 min,抽滤,以 50 mL 石油醚-乙醚(1+1)分两次洗涤残渣,合并滤液。于 50℃下减压旋转蒸发,浓缩至约 3 mL。

3.4.2 净化

将浓缩后的样品提取液转移至 125 mL 分液漏斗中,用 30 mL 石油醚分数次洗涤样品瓶,溶液并入分液漏斗中。用 50 mL 乙腈分两次提取,合并乙腈提取液,于旋转蒸发器上减压蒸去乙腈。以少量石油醚溶解残渣,将溶液转移至净化柱(3.3.11),并用少量石油醚洗涤容器及柱子。待液面与柱内填充物顶端齐平时,弃去流出液。以 100 mL 含 15%乙醚的石油醚洗脱,收集洗脱液于梨形瓶中。用旋转蒸发器蒸干,准确用 2 mL 正己烷冲洗瓶壁、溶解残渣,供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件:从下列 a、b 二种条件中任选一种:

a. 色谱柱:玻璃柱 1.1 m \times 3 mm(内径),填充物为 3%(m/m)OV-1 涂于 Chromosorb W HP(80~100 目);

色谱柱温度:245℃;

进样口温度:280℃;

检测器温度:300℃;

氮气:纯度 $\geq 99.99\%$,60 mL/min。