

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0341—95

出口肉及肉制品中氯霉素 残留量检验方法

Method for the determination of chloramphenicol
residues in meat and meat products 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

出口肉及肉制品中氯霉素 残留量检验方法

SN 0341—95

Method for the determination of chloramphenicol
residues in meat and meat products for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口肉及肉制品中氯霉素残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。
本标准适用于出口猪肉中氯霉素残留量的检验。

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。从每件内取一袋作为原始样品,其总量不少于 2 kg,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 2 kg 者,则可用锋利刀(用酒精灭菌后)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 2 kg。加封后,标明标记,及时送交实验室。

2.4 试样的制备

从原始样品中分取出约 1 kg,充分绞碎混匀,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

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1995-05-29 批准

1995-11-01 实施

用乙酸乙酯提取试样中的氯霉素,然后将乙酸乙酯蒸发至干,用正己烷净化,氯霉素经硅烷化衍生后,溶解于正己烷中,用带电子俘获检测器的气相色谱仪进行测定,外标法定量。

3.2 试剂材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为蒸馏水或相当的去离子水。

- 3.2.1 乙酸乙酯:重蒸馏。
- 3.2.2 甲醇:重蒸馏。
- 3.2.3 正己烷:重蒸馏。
- 3.2.4 丙酮:重蒸馏。
- 3.2.5 硅烷化试剂:3 mL 六甲基二硅烷(HMDS)+1 mL 三甲基氯硅烷(TMS)+9 mL 吡啶。
- 3.2.6 氯化钠水溶液:1 mol/L。
- 3.2.7 氯霉素标准品:含量 $\geq 99.5\%$ 。
- 3.2.8 氯霉素标准溶液:准确称取适量的氯霉素标准品,用丙酮配成0.10 mg/mL的贮备液,根据需要稀释成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:配有电子俘获检测器(ECD)。
- 3.3.2 快速混匀器。
- 3.3.3 离心机:3 000 r/min。
- 3.3.4 多功能微量化学样品处理仪或其他相当的仪器。
- 3.3.5 具塞离心管:5 mL。
- 3.3.6 离心管:15 mL。
- 3.3.7 尖嘴吸管。
- 3.3.8 微量可调移液管:50 μL 、200 μL 、1 000 μL 。
- 3.3.9 微量注射器:10 μL 。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取与净化

称取2.00 g均匀试样(精确至0.01 g)于15 mL离心管中,加入2 mL乙酸乙酯,在混匀器中快速混匀1 min,离心3 min,用尖嘴吸管将乙酸乙酯提取液转入另一具塞离心管中,再用2 mL乙酸乙酯提取一次残渣。合并乙酸乙酯提取液,于多功能微量化学样品处理仪(60 $^{\circ}\text{C}$)或其他相当的仪器上通氮气吹干。加入200 μL 甲醇溶解残渣,再加入2 mL 1 mol/L NaCl水溶液和1 mL正己烷,快速混匀1 min,离心3 min,弃去正己烷层。再用2 \times 1 mL正己烷洗涤,弃去正己烷。加入2 mL乙酸乙酯,混匀1 min,离心3 min。吸取乙酸乙酯溶液于5 mL具塞离心管中,在多功能微量化学样品处理仪上(60 $^{\circ}\text{C}$)或其他相当的仪器通氮气吹干。

3.4.2 硅烷化

向盛有残余物(3.4.1)的具塞离心管中,加200 μL 硅烷化试剂,混匀30 s,于60 $^{\circ}\text{C}$ 反应15 min,用氮气吹干,加1.00 mL正己烷,供气相色谱分析。取1.00 mL氯霉素标准工作液于5 mL具塞离心管中,于60 $^{\circ}\text{C}$ 通氮气吹干,按上述步骤硅烷化后,作为标准溶液,供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

- a. 色谱柱:农残Ⅱ#柱,25 m \times 0.53 mm(内径);
- b. 进样口温度:280 $^{\circ}\text{C}$;
- c. 柱温:240 $^{\circ}\text{C}$;
- d. 检测器温度:300 $^{\circ}\text{C}$;
- e. 氮气:纯度 $\geq 99.99\%$,载气流量15 mL/min,尾吹气30 mL/min。