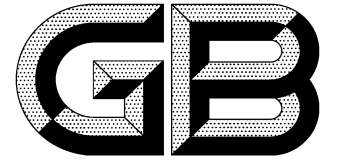


(1)——2,4-滴。

图 1 2,4-滴标准色谱图



中华人民共和国国家标准

GB/T 20798—2006

肉与肉制品中 2,4-滴残留量的测定

Determination of 2,4-D in meat and meat products



GB/T 20798—2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-29088

定价: 10.00 元

2006-11-28 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

250 mL旋转蒸发瓶中。于 30℃水浴中蒸干。用 2 mL 乙腈溶解,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后供色谱测定。

4.4 测定

4.4.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱:ODS C₁₈ 3.9 mm×150 mm;
- b) 流动相:乙腈+1.5%氢氧化钠(NaOH)水溶液(20+80),加磷酸调节 pH 至 2.95;
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 温度:30℃;
- e) 检测器:紫外检测器;
- f) 检测波长:228 nm。

4.4.2 测定

根据液相色谱仪灵敏度,取标准系列各浓度 20 μL 分别注入液相色谱仪,测得该浓度标准溶液的峰面积(峰高)。以标准溶液浓度(μg/mL)为横坐标,峰面积(峰高)为纵坐标绘制标准曲线。

取样品溶液 20 μL 注入液相色谱仪,测得 2,4-滴的峰面积(峰高)。从标准曲线中查出相应的浓度(μg/mL)。

4.5 结果计算

采用外标法用峰面积(峰高)定量,按式(1)计算 2,4-滴残留量。

$$X = \frac{c \times V_0 \times V \times 1\,000}{m \times V_1 \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——样品中 2,4-滴残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c——样品峰在标准曲线中查得的相应浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- V₀——标准溶液进样体积,单位为微升(μL);
- V₁——样品溶液进样体积,单位为微升(μL);
- m——样品质量,单位为克(g);
- 1 000——单位换算系数。

5 允许差

本方法允许差≤10%。

6 方法的最低检出限、回收率

6.1 最低检出限

本方法的最低检出限为 0.03 mg/kg。

6.2 回收率

本方法的回收率为 70%~90%之间。

7 液相色谱图

色谱图见图 1。

中华人民共和国
国家标准
肉与肉制品中 2,4-滴残留量的测定
GB/T 20798—2006

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2007 年 3 月第一版 2007 年 3 月第一次印刷
*
书号: 155066·1-29088 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

品;若零散样品,则随机从3~5片胴体上取若干小块混为一份样品。每份500 g~1 500 g。

4.1.2 检验批

以不超过5 000箱为一检验批。同一检验批内商品应具有同一的特征,如包装、标记、产地、规格、等级等。

4.1.3 抽样数量

4.1.3.1 肉

- a) 500箱及以下取5箱;
- b) 501~1 000箱取7箱;
- c) 1 001~3 000箱取11箱;
- d) 3 001~4 000箱取13箱;
- e) 4 001~5 000箱取15箱。

4.1.3.2 罐头

- a) 500箱及以下取5箱;
- b) 501~1 000箱取7箱;
- c) 1 001~3 000箱取11箱;
- d) 3 001~4 000箱取13箱;
- e) 4 001~5 000箱取15箱。

4.1.4 抽样工具及方法

4.1.4.1 肉

每箱取样一包,去掉塑料薄膜,从每包肉样中抽取肉块不少于25 g,总样量不少于1 kg,放入清洁的容器内,填写标签,注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人,并及时送交实验室。

4.1.4.2 罐头

每箱取一罐,填写标签,注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人,及时送交实验室。

4.2 试样制备

4.2.1 肉

将所取全部样品,充分搅碎混匀,取有代表性的样品,总量不少于500 g,装入清洁容器内,密封,冷藏。

4.2.2 罐头

将所取全部样品整罐倒出,充分搅碎混匀,取有代表性的样品,总量不少于500 g,装入清洁容器内,密封,冷藏。

注:在抽样和制样的操作中,应防止样品受到污染或发生任何变化,以保证实验样品能代表总体样本。

4.3 提取和净化

称取混合均匀的试样20.00 g(精确到0.01 g)于500 mL具塞锥形瓶中,加15 mL无水乙醇、5 mL硫酸-水(1+9)、10 g氯化钠和100 mL二氯甲烷。加塞,振荡提取30 min。通过快速滤纸过滤,滤液收集于500 mL分液漏斗中,用约50 mL二氯甲烷分三次洗涤锥形瓶及滤渣。合并洗液于分液漏斗中,于上述分液漏斗中加25 mL氢氧化钠溶液(30 g/L)和50 mL蒸馏水,再加入10 mL饱和氯化钠溶液〔此时水相pH应大于12,否则应补加适量氢氧化钠溶液(3.1.8)。对于极易乳化的样品可再补加约3 g氯化钠〕,振摇提取2 min。静置分层,弃去二氯甲烷层。以25 mL二氯甲烷洗涤水层二次,弃去二氯甲烷层。再以25 mL无水乙醚洗涤水层,静置分层,将下层水相转移至另一500 mL分液漏斗中,弃去无水乙醚层。于上述水相中,加入25 mL硫酸-水(1+9)进行酸化,摇匀〔水相pH应小于2,否则应适量补加硫酸-水(1+9)〕,然后分别用50 mL、25 mL、20 mL二氯甲烷提取水相。将二氯甲烷提取液收集于

前 言

本标准主要参考了美国食品药品监督管理局的农药残留分析手册(FDA—PAM)中的有关方法,并参考SN 0195—1993《出口肉及肉制品中2,4-滴残留量检测方法》和《CIPAC手册》中有关2,4-滴的测定方法。

本标准由中国商业联合会提出并归口。

本标准由农业部农产品质量监督检验测试中心(北京)、商务部屠宰技术鉴定中心负责起草。

本标准主要起草人:石阶平、马丽艳、林燕、王贵际、张新玲、刘虎成、吴广枫、赵坤霞、唐小草。