

# SN

## 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0212.3—93

---

### 出口禽肉中二氯二甲吡啶酚 残留量检验方法 丙酰化 - 气相色谱法

**Method for determination of clopidol  
residues in poultry meat for export  
—Propionylation- gas chromatography**

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

出口禽肉中二氯二甲吡啶酚  
残留量检验方法  
丙酰化-气相色谱法

SN/T 0212.3-93

Method for determination of clopidol  
residues in poultry meat for export  
—Propionylation-gas chromatography

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口禽肉中二氯二甲吡啶酚残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。  
本标准适用于出口冻鸡中二氯二甲吡啶酚残留量的检验。

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。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,及时送交实验室。

2.4 试样制备

从每袋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中捣碎均匀,充分混匀,用四分法缩分出不少于 1 000 g 试样。装入清洁的容器内,加封后,标明标记。

2.5 试样保存

将试样于-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

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1993-06-04 批准

1993-08-01 实施

用甲醇提取肉样中二氯二甲吡啶酚,经氧化铝柱净化,除去脂肪和色素。以丙酸酐反应,转化成相应的酯。用内径为 0.53 mm 毛细管柱气相色谱法(电子俘获检测器)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 甲醇:分析纯,经全玻璃装置重蒸馏,收集 64~65℃馏分。
- 3.2.3 氧化铝:中性层析用,粒度 100~200 筛目,在 300℃灼烧 3 h,放入干燥器中备用。
- 3.2.4 氧化铝:中性层析用,粒度 100~200 筛目,在 800℃灼烧 3 h,并在 130℃烘箱中烘烤 1 h 后,放入干燥器中备用。
- 3.2.5 丙酸酐:分析纯。经全玻璃装置重蒸馏。
- 3.2.6 吡啶:色谱纯。
- 3.2.7 助滤剂: Celite 545,使用前用甲醇洗涤两次,每次浸泡半小时。
- 3.2.8 四硼酸钠:优级纯,干燥无水,在配制溶液前,应将此试剂在热溶液中重结晶一次。
- 3.2.9 四硼酸钠溶液: 0.1 mol/L。取 38.0 g 四硼酸钠(3.2.8),溶于 1 000 mL 蒸馏水中。
- 3.2.10 蒸馏水:取蒸馏水 100 mL,用正己烷 10 mL 提取,在应用的色谱条件下,取 5 μL 提取液注入气相色谱仪内,该正己烷在色谱图上应无干扰被测组分的杂峰。
- 3.2.11 正己烷:分析纯。重蒸馏,收集 67~69℃馏分。取 500 mL 正己烷,通过填充 13 cm 高度中性氧化铝(3.2.4)层析柱[20 mm(id)×200 mm],流速为 2 mL/min。
- 3.2.12 丙酮:分析纯。
- 3.2.13 二氯二甲吡啶酚标准品:纯度≥99%。
- 3.2.14 二氯二甲吡啶酚标准溶液(0.1 mg/mL):溶解 10.0 mg 二氯二甲吡啶酚标准品于少量甲醇中,以甲醇准确定容至 100 mL,摇匀,作为标准储备溶液。根据需要再配成适用浓度的标准工作溶液。

### 3.3 仪器和设备

- 3.3.1 气相色谱仪:配备电子俘获检测器和热式毛细管柱头进样器。
- 3.3.2 微量注射器:10 μL, 50 μL。
- 3.3.3 高速组织捣碎机。
- 3.3.4 康式振荡器。
- 3.3.5 旋转蒸发器。
- 3.3.6 恒温水浴锅。
- 3.3.7 净化柱:20 mm(id)×200 mm 玻璃柱。柱底部填约 0.5 cm 高脱脂棉[脱脂棉经丙酮-正己烷(2+3)抽取 3 h],装入 16 g 氧化铝(3.2.3)轻轻敲打装实。用前经 40 mL 甲醇淋洗。
- 3.3.8 带螺旋盖试管:15 mL(13 mm×130 mm),具有聚四氟乙烯内衬的塑料螺旋盖。
- 3.3.9 离心机:转速 3 000 r/min。
- 3.3.10 氮气:纯氮(≥99.99%)。

### 3.4 测定步骤

#### 3.4.1 提取

取经绞碎混匀的试样约 20 g(精确到 0.01 g)于 250 mL 具塞锥型瓶中,加入 50 mL 甲醇和 3 g 助滤剂于振荡器上提取 30 min。在平底漏斗内铺上 2 g 助滤剂,抽滤提取液。用 40 mL 甲醇分 3 次洗涤锥型瓶并将洗涤液移入平底漏斗。滤液定量转移到 100 mL 容量瓶中,用少量甲醇多次洗涤滤瓶,洗液收集于同一容量瓶中,用甲醇定容。

#### 3.4.2 净化

用移液管准确吸取上述滤液 20 mL,移入氧化铝柱(3.3.7)中,以 2 mL/min 流速流出。用 40 mL 甲醇洗柱内壁。滤液及洗液接收于 100 mL 烧杯中,用 50℃水浴的旋转蒸发器或在 50℃水浴中以氮气流将溶剂蒸干。用 2~3 mL 甲醇溶解残渣,并定量转入 15 mL 带螺旋盖试管(3.3.8),用氮气流将甲醇浓