

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0501—95

出口禽肉中拉沙里菌素残留量检验方法

**Method for the determination of lasalocid
residues in poultry meat for export**

1995-11-28 发布

1996-01-01 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

出口禽肉中拉沙里菌素残留量检验方法

SN 0501—95

Method for the determination of lasalocid
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拉沙里菌素残留量检验的抽样和制样及液相色谱测定方法。
本标准适用于出口鸡肉中拉沙里菌素残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 2500 件为一检验批。

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
501~1000	17
1001~2500	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 2kg,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 500g 试样,装入洁净容器中,加封后,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

样品中的拉沙里菌素经用乙腈提取,提取液用正己烷洗涤后,用配有荧光检测器的液相色谱仪测

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1995-11-28 批准

1996-01-01 实施

定,绘制标准曲线法定量。

3.2 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯,水为重蒸馏水。

3.2.1 乙腈:重蒸馏。

3.2.2 正己烷:重蒸馏。

3.2.3 四氢呋喃:重蒸馏。

3.2.4 浓氨水。

3.2.5 甲醇:重蒸馏。

3.2.6 氮气。

3.2.7 流动相

A液:取四氢呋喃 150mL、甲醇 30mL、浓氨水 10mL、正己烷 810mL,在分液漏斗中充分混合,静置分层约 1h,弃去下层。

B液:取四氢呋喃 150mL、甲醇 30mL、正己烷 820mL,在量筒中充分混合。

取 3 份 A 液加 1 份 B 液,在棕色瓶中充分混合,作为流动相。

3.2.8 流动相饱和的水:将 100mL 流动相与 50mL 水于 250mL 分液漏斗中混合,用力振摇 40s,静置分层,移出下层待用。现用现配。

3.2.9 拉沙里菌素钠标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

3.2.10 拉沙里菌素标准溶液:准确称取 100.0mg 拉沙里菌素,用少量四氢呋喃溶解,并用四氢呋喃稀释,配成浓度为 1.0mg/mL 的标准储备液。用流动相分别稀释成 20ng/mL、50ng/mL、100ng/mL、200ng/mL 的拉沙里菌素标准工作液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 液相色谱仪并配有荧光检测器。

3.3.2 自动进样器或 50 μ L 微量进样器。

3.3.3 全玻璃蒸馏装置。

3.3.4 均质器:500mL 均质杯。

3.3.5 离心机。

3.3.6 离心管:30mL,50mL,具塞,带刻度;250mL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取约 10g 试样(精确至 0.1g),置于 500mL 均质杯中,加入 40mL 乙腈,均质 2min,然后全部移入 250mL 离心管中。在离心机上以 2500r/min 离心 20min。离心后,取上清液 23mL 于 50mL 离心管中,加入 23mL 正己烷,剧烈振摇 20s。再在离心机上以 2000r/min 离心 20min,记录下层乙腈的体积(B)。吸出上层正己烷弃去,取下层乙腈 20mL,置于 30mL 离心管中,于 60℃水浴中,在氮气流下吹至近干。加 1.0mL 用流动相饱和的水,旋摇 20s。再加入 2.0mL 流动相,混合 20s,在离心机上以 2500r/min 离心 20min,上清液供液相色谱测定。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

- 色谱柱:硅胶色谱柱(Hypersil 79916 SI,或相当者),5 μ m,100mm \times 4.6mm(id);两个柱串联;
- 流动相:A液-B液(3.2.7);
- 流速:1.5mL/min;
- 荧光检测器:激发波长 310nm,发射波长 430nm;
- 进样量:50 μ L。

3.4.2.2 色谱测定