

SN

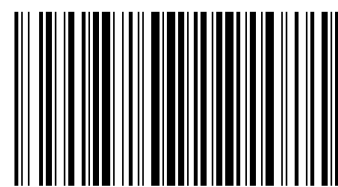
中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0593—1996

SN 0593—1996

出口肉及肉制品中辟哒酮残留量 检 验 方 法

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



SN 0593-1996

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1997年4月第一版 1997年4月第一次印刷 书号:155066·2-11435 定价12.00元

1996-11-15 发布

1997-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

前 言

本标准是根据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元：标准的起草与表述规则 第 1 部分：标准编写的基本规定》及 SN/T 0001—1995《出口商品中农药、兽药残留量及生物毒素检验方法标准编写的基本规定》的要求而进行编写的。其中测定方法采用了美国食品药品监督管理局农药残留量分析手册 (FDA, "Pesticide Analytical Manual", Volume I, Sec. 180.316) 中辟哒酮残留量分析方法。但在技术内容上稍作改变,经验证后,按规定格式要求作了编辑性修改。在标准中同时制定了抽样和制样方法。

测定低限是根据国际上对肉及肉制品中辟哒酮残留量的最高限量和测定方法的灵敏度而制定的。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国山东进出口商品检验局。

本标准主要起草人：沈志刚、李立、穆兆纯、张宁、王洪兵。

本标准系首次发布的行业标准。

- b) Column temperature: 240°C;
 c) Injection port temperature: 270°C;
 d) Detector temperature: 300°C;
 e) Carrier gas: Nitrogen, purity ≥ 99.99%, 15 mL/min;
 f) Injection volume: 1 μL;
 g) Injection mode: Splitless.

3.4.2.2 GC determination

According to the approximate concentration of pyrazon in the sample solution, select the standard working solution with similar peak height to that of sample solution. The responses of pyrazon in the standard working solution and sample solution should be in the linear detecting range of the instrument. The standard working solution should be injected randomly in-between the injections of sample solution of equal volume. Under the above GC operating condition, the retention time of pyrazon is ca 6 min. For chromatogram of pyrazon standard, see fig. 1 in annex A.

3.5 Blank test

The operation of blank test is the same as that described in the method of determination, but without addition of sample.

3.6 Calculation and expression of result

The calculation of the content of pyrazon in the test sample is carried out by GC data processor or according to formula(1):

$$X = \frac{A \cdot c \cdot V}{A_s \cdot m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

where

- X—Content of pyrazon in test sample, mg/kg;
 A—Peak area of pyrazon in sample solution, mm²;
 A_s—Peak area of pyrazon in standard working solution, mm²;
 c—Concentration of pyrazon in the standard working solution, μg/mL;
 V—Final volume of the sample solution, mL;
 m—Corresponding mass of the test sample in the final sample solution, g.

Note: The blank value should be subtracted from the above result of calculation.

4 Limit of determination and recovery

4.1 Limit of determination

The limit of determination of this method is 0.01 mg/kg.

4.2 Recovery

According to the experimental data, the fortifying concentrations of pyrazon and its corresponding recoveries are:

- In pork, 0.01 mg/kg, the recovery 80.0%;
 0.10 mg/kg, the recovery 87.9%;
 0.50 mg/kg, the recovery 98.7%.
 In beef, 0.01 mg/kg, the recovery 80.0%;
 0.10 mg/kg, the recovery 93.6%;
 0.50 mg/kg, the recovery 99.6%.

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口肉及肉制品中吡嗪酮残留量 检验方法

SN 0593—1996

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

1 范围

本标准规定了出口肉及肉制品中吡嗪酮检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。
 本标准适用于出口猪肉和牛肉中吡嗪酮残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 2 500 件为一检验批。

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。从每件中取一袋作为原始样品。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。

如每件中无小包装或有小包装但每袋重量超过 2 kg 者,可用锋利刀(用酒精灭菌过)在抽出的包件中,每件割取不少于 100 g,混合后置于洁净容器内,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 试样制备

从所取混合原始样中取出代表性样品约 1 kg,取可食部分,经组织捣碎机捣碎均匀,均分成两份,装入洁净容器内,作为试样。密封,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。