

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0502—95

出口水产品中毒杀芬残留量检验方法

**Method for the determination of toxaphene
residues in aquatic products 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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口水产品中毒杀芬残留量检验的抽样和制样及气相色谱测定方法。
本标准适用于出口鲑鱼、扇贝柱中毒杀芬残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 10 000 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
冷冻品	活品、盐藏品	
≤150	≤90	3
151~3 200	91~500	8
3 201~10 000	501~1 200	13
	1 201~10 000	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 500g 为原始样品,原始样品总量不少于 2kg,加封后,标明标记,及时送实验室。

2.4 试样制备

将抽取的样品去鳞、去骨后,将可食部分充分捣碎,充分混匀,用四分法缩分出不少于 1 000g,作为试样,装入清洁的容器中,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。

3 测定方法

3.1 方法提要

样品中的毒杀芬经用石油醚提取,净化、浓缩后,用配有电子俘获检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。

3.2 试剂和材料

所用水为蒸馏水,所用试剂除特殊规定外均为分析纯。

- 3.2.1 无水硫酸钠:经 650℃灼烧 4h,置于干燥器内备用。
- 3.2.2 无水硫酸钠柱:25mm(id)×200mm 玻璃柱,内装 50mm 高的无水硫酸钠。
- 3.2.3 石油醚:30~60℃,经全玻璃装置重蒸馏。
- 3.2.4 乙醚:经全玻璃装置重蒸馏。
- 3.2.5 乙腈:色谱纯,用石油醚饱和。
- 3.2.6 氯化钠溶液:饱和溶液。
- 3.2.7 弗罗里硅土:675℃灼烧 2h,置于干燥器内,用前于 130℃烘 5h。
- 3.2.8 弗罗里硅土柱:22mm(id)×200mm 玻璃柱,内装 100mm 高的活化的弗罗里硅土,顶上加 10mm 高的无水硫酸钠。
- 3.2.9 毒杀芬标准品:已知纯度(约 78%)。
- 3.2.10 毒杀芬标准储备溶液:准确称取适量的毒杀芬标准品,用石油醚配成浓度为 100μg/mL 的标准储备溶液,根据需要再配成适当浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

- 3.3.1 气相色谱仪:配有电子俘获检测器。
- 3.3.2 微量注射器:10μL。
- 3.3.3 高速组织捣碎机。
- 3.3.4 恒温水浴。
- 3.3.5 马弗炉。
- 3.3.6 烘箱。
- 3.3.7 旋转蒸发器或 K-D 浓缩器。
- 3.3.8 分液漏斗:1 000mL,125mL。
- 3.3.9 刻度试管:10mL,具磨口塞。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

3.4.1.1 鱼类

称取约 50g(精确至 0.1g)试样于高速组织捣碎机中,加 100g 无水硫酸钠,混匀。加 150mL 石油醚,均质 2min。上清液通过铺有两层滤纸的 12cm 布氏漏斗滤入 500mL 抽滤瓶中。用 2×100mL 石油醚提取捣碎机中残渣,每次 3min,过滤,合并提取液。转移残渣至布氏漏斗上,以 3×50mL 石油醚洗涤。全部滤液过无水硫酸钠柱,收集流出液。用少量石油醚洗柱,合并石油醚流出液。于旋转蒸发器中蒸发至近干,用少量石油醚转移残渣至已知重量的烧杯中,在 60℃水浴上蒸发,得到脂肪,称量并记录脂肪量。

称取 3g 脂肪于 125mL 分液漏斗中,加石油醚使之总体积为 15mL,加 30mL 用石油醚饱和的乙腈,振荡 1min。分层后,放乙腈层至盛有 650mL 水、40mL 饱和氯化钠溶液及 100mL 石油醚的 1L 分液漏斗中。用 3×30mL 石油醚饱和的乙腈液洗 125mL 分液漏斗中的液体,合并乙腈层于 1L 分液漏斗中。放 1L 分液漏斗中的水层至另一 1L 分液漏斗中,加 100mL 石油醚至第二个分液漏斗中,振摇 15s,弃去水层。合并石油醚层,以 2×100mL 水洗涤。将石油醚层过无水硫酸钠柱、收集于 500mL K-D 浓缩器中,以 3×10mL 石油醚洗涤漏斗及柱。合并石油醚洗液于浓缩器中,浓缩至 5~10mL。

3.4.1.2 扇贝柱

称取约 100g(精确至 0.1g)试样于高速组织捣碎机中,加 200mL 乙腈,均质 2min,通过铺有滤纸的 12cm 布氏漏斗滤入 500mL 抽滤瓶中。转移滤液至 1L 分液漏斗中,加 100mL 石油醚,振摇 1~2min,再加 10mL 饱和氯化钠液和 600mL 水,振摇 30~40s。弃去水层。以 2×100mL 水洗涤。转移溶剂层于 100mL 具塞量筒中,加 15g 无水硫酸钠,振摇,转至 K-D 浓缩器上浓缩至 5~10mL。

3.4.2 净化

用 50mL 石油醚预洗弗罗里硅土柱(3.2.8),将试样提取液移入柱中,以 5mL/min 速度过柱,用