

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

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

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。

肉与肉制品中 2,4-滴残留量的测定

1 范围

本标准规定了肉及肉制品中 2,4-滴残留量检验的抽样和测定方法。

本标准适用于肉及肉制品中 2,4-滴残留量的测定。

2 原理

样品在酸性条件下,以二氯甲烷提取样品中残留的 2,4-滴及其钠盐,并转移至碱液中。用有机溶剂洗涤后将其酸化,再用二氯甲烷提取 2,4-滴。去除溶剂后用乙腈定容作为待测溶液,取一定量注入高效液相色谱仪,用紫外检测器检测,外标法定量。

3 试剂与仪器、设备

3.1 试剂

3.1.1 乙腈:色谱纯。

3.1.2 水:三级水。

3.1.3 磷酸:分析纯。

3.1.4 二氯甲烷:分析纯,重蒸馏。

3.1.5 无水乙醇:分析纯,重蒸馏。

3.1.6 无水乙醚:分析纯,重蒸馏。

3.1.7 硫酸-水(1+9):以优级纯浓硫酸配制。每 500 mL 硫酸-水(1+9)用 50 mL 二氯甲烷抽提两次后备用。

3.1.8 氢氧化钠溶液(30 g/L):以优级纯氢氧化钠配制。每 500 mL 氢氧化钠溶液(30 g/L)用 25 mL 二氯甲烷抽提两次后备用。

3.1.9 氯化钠:优级纯,每 250 g 氯化钠用 100 mL 二氯甲烷超声波抽提两次,挥干,于 600℃灼烧 4 h,贮于具塞瓶中。

3.1.10 饱和氯化钠溶液:以优级纯氯化钠配制。每 250 mL 饱和氯化钠溶液用 25 mL 二氯甲烷抽提两次后备用。

3.1.11 2,4-滴标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

3.1.12 2,4-滴标准溶液:准确称取 10 mg 2,4-滴标准品用乙腈溶解并定容至 100 mL,配制成浓度为 0.100 mg/mL 标准贮备溶液。再以乙腈稀释逐级稀释成适当浓度的标准工作溶液。

3.2 仪器和设备

3.2.1 高效液相色谱仪:附紫外检测器。

3.2.2 组织捣碎机。

3.2.3 振荡器。

3.2.4 旋转蒸发仪。

注:全部玻璃器皿经超声波清洗,用前以少量二氯甲烷淋洗。

4 分析步骤

4.1 抽样

4.1.1 零散样品

若成堆产品,则在堆放空间的四角和中间设采样点,每点从上、中、下三层取若干小块混为一份样

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

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

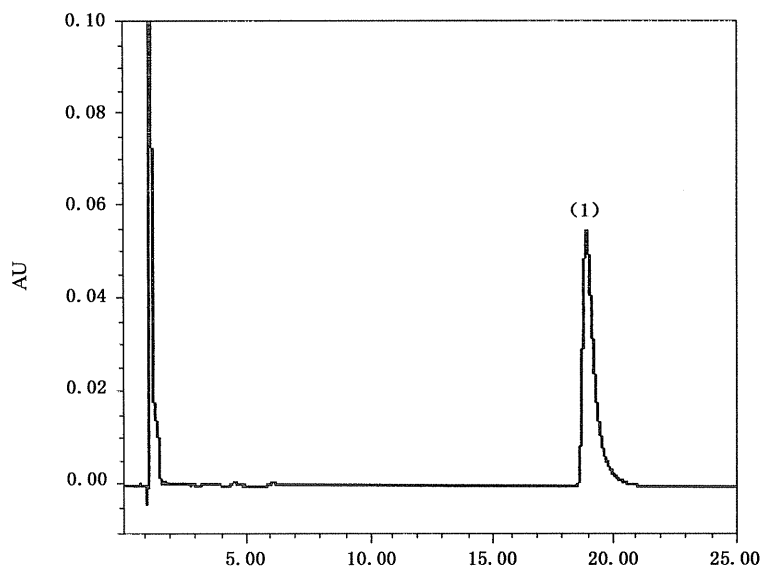
本方法的最低检出限为0.03 mg/kg。

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。



(1)——2,4-滴。

图 1 2,4-滴标准色谱图

