

出口禽肉中二氯二甲吡啶酚残留量检验方法 SN/T 0212.1-93

液相色谱法

Method for determination of clopidol
residues in poultry meat for expotr
?Liquid 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、制样和液相色谱测定方法。

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，总量不少于 2 kg，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 500 g，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

用乙腈提取试样中二氯二甲吡啶酚，经氧化铝柱、阴离子交换柱净化，用带紫外检测器的液相色谱仪测定二氯二甲吡啶酚残留量，外标法定量。

3.2 试剂和材料

除特别说明外，所有试剂均为分析纯，水为二次重蒸馏水。

3.2.1 乙腈：紫外光谱纯。

3.2.2 甲醇：紫外光谱纯。

3.2.3 乙酸钠水溶液：100 g/L。

3.2.4 乙酸甲醇溶液：0.25%(V/V)。

3.2.5 乙酸甲醇溶液：0.5%(V/V)。

3.2.6 饱和硝酸银丙酮溶液。

3.2.7 无水硫酸钠：650℃灼烧 4 h，贮于密封瓶中。

3.2.8 氧化铝：层析用，中性，70~230 目。

3.2.9 阴离子交换树脂：Dowex 1-X8,100~200 目，氯离子型。使用前按下列方法转换成乙酸根型：将 100 g Dowex 1-X8 树脂浸入 10%乙酸钠水溶液中，不时搅拌，浸泡 2 h 后，倾入布氏漏斗中，用 500 mL 10%乙酸钠水溶液淋洗至仅存痕量氯离子(用饱和硝酸银丙酮溶液检验，呈微混浊)，再用水淋洗至无氯离子，再依次用 200 mL 下列溶液淋洗：甲醇、0.25% 乙酸甲醇溶液(3.2.5)、甲醇。淋洗后，贮存于试剂瓶中，加甲醇浸泡备用。

3.2.10 二氯二甲吡啶酚标准溶液

3.2.10.1 标准贮备液：称取 10.0 mg 二氯二甲吡啶酚(含量>99.0%)，用甲醇溶解并定容至 100 mL，即为 100 µg/mL 二氯二甲吡啶酚标准贮备液。

3.2.10.2 标准工作溶液：根据需要由标准贮备液用甲醇逐级稀释成适当浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 高效液相色谱仪并配有下列装置：

a. 紫外检测器；

b. 色谱数据处理机或记录仪。

3.3.2 组织捣碎机。

3.3.3 快速混匀器或匀浆机。

3.3.4 多功能微量样品处理仪或其他相当的仪器。

3.3.5 氧化铝层析柱：30 cm×1.8 cm (id)，下填玻璃棉塞，柱内装约三分之一甲醇，缓缓加入 15 g 氧化铝，用 20 mL 甲醇预洗柱子。

3.3.6 阴离子树脂交换柱：17 cm×1 cm (id)，下填玻璃棉塞，加入乙酸根型 Dowex 树脂悬浮液(3.2.9)，使沉降后高约 2~3 cm，用甲醇洗之，使用前，再依次用 20 mL 0.5% 乙酸甲醇溶液(3.2.5)和 20 mL 甲醇洗涤。

3.3.7 离心机：4 000 r/min。

3.3.8 微量可调移液管：40~200 µL，200~1 000 µL。

3.3.9 离心管：50 mL。

3.3.10 微量进样器：20 µL。

3.3.11 高速离心机：14 000 r/min。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取及净化

称取约 5 g(精确至 0.01 g)试样和 5 g 无水硫酸钠于 50 mL 离心管中，加入 25 mL 乙腈，于快速混匀器或匀浆机上匀浆 2 min，在离心机上以 3000 r/min 离心 2 min。将上清液倾入下接阴离子交换柱的氧化铝柱中，使提取液通过两个净化柱净化。再用 20 mL 乙腈提取滤渣一次，离心后同样将上清液倾入氧化铝柱中净化。待提取液全部过柱后，用 20 mL 甲醇淋洗两个柱子，至此，弃去全部淋洗液。取下氧化铝柱，将 25 mL 离心管置于阴离子交换柱下，用 20 mL 0.5% 乙酸甲醇溶液(3.2.5)洗脱二氯二甲吡啶酚。于多功能微量样品处理仪上 60℃蒸干，以 0.50 mL 甲醇溶解残渣。经高速离心(14000 r/min)3 min 后，供液相色谱测定。

3.4.2 测定

3.4.2.1 测定色谱条件

- a. 色谱柱：十八烷基键合固定相(ODS)色谱柱，
10 μm , 25 cm $\times$ 4.6 mm (id);
- b. 流动相：乙腈—水(20+80)，流速为 1 mL/min;
- c. 检测波长：270 nm;
- d. 色谱柱温度：40℃;
- e. 进样量：20 μL 。

3.4.2.2 色谱测定

根据样液中二氯二甲吡啶酚含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中二氯二甲吡啶酚响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作溶液和样液等体积参插进样测定，在上述色谱条件下，二氯二甲吡啶酚保留时间约为 5 min。

3.4.3 空白试验

除不加试样外，按上述测定步骤进行。

3.4.4 结果的计算和表述

用色谱数据处理机，或按下式计算二氯二甲吡啶酚残留量：

$$X = \frac{h \cdot c \cdot V}{h_s \cdot m}$$

式中：X??样品中二氯二甲吡啶酚含量，mg/kg;

h??样液中二氯二甲吡啶酚峰高，mm;

h_s??标准工作溶液中二氯二甲吡啶酚峰高，mm;

c??标准工作溶液中二氯二甲吡啶酚浓度， $\mu\text{g/mL}$;

m??试样量，g;

V??样液最终体积，mL。

注：计算结果需扣除空白值。

4 方法的测定低限和回收率

4.1 测定低限

本方法的测定低限为 0.01 mg/kg。

4.2 回收率

回收率实验数据：二氯二甲吡啶酚浓度在 0.010~0.100 mg/kg 范围内回收率为 84.1%~106.0%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国湖南、秦皇岛进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人袁智能、庞国芳、彭三和、曹彦忠、戴华、范春林、聂洪勇。

主要参考文献：

Canutte A.Mtema,Hiroyuki Nakazawa,and Eigo

Takabatake,J.Assoc.Off.Anal.

Chem.,67 (2),224(1984).

资料提供：



cence[®]

全称：长沙湘仪离心机仪器有限公司

湖南湘仪实验室仪器开发有限公司

生产地址：湖南望城台商投资开发区湘仪工业园

营销中心地址：湖南省长沙市枫林二路裕园大厦三单元 16 楼

联系人：卢一红

手机：13874972826

电话：0736-2842826/0731-2842825

传真：0731-2842829

邮编：410205

客服 QQ：784757816

网址：<http://www.xiangyilxi.com>

E-mail：lxjxy@lxjxy.com / xiangyi@xiangyilxj.com

注：如没有特殊说明，本公司所提供资料均从互联网搜集所得，故不对资料内容负任何责任