

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》进行编写的。其中测定方法是参考国内外有关文献，经研究、改进和验证后制定的。本标准同时制定了抽样和制样方法。

测定低限是根据国际上对水果中速灭磷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：中华人民共和国辽宁进出口商品检验局和沈阳农业大学。

本标准主要起草人：宫英姿、牛森、周艳明、宋文斌。

本标准系首次发布的行业标准。

1 范围

本标准规定了出口水果中速灭磷残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口苹果中速灭磷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过1500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
251～1500	15

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500 g为原始样品，原始样品总量不得少于2kg。加封后，标明标记，及时送实验室。

2.4 试样制备

将所取原始样品缩分出1kg，取可食部分，经组织捣碎机捣碎，均分成两份，装入洁净容器内，作为试样。密封，并标明标记。

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

试样经丙酮提取，提取液经用二氯甲烷和水进行液液分配，使待测农残进入二氯甲烷层。二氯甲烷层再经氧化铝和活性炭净化，浓缩，定容后，用配有火焰光度检测器的气相色谱仪测定，外标法定量。

3.2试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为重蒸馏水。

3.2.1 丙酮。

3.2.2 二氯甲烷。

3.2.3 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，冷却后贮于密闭容器中备用。

3.2.4 活性炭：层析用，20～40目。于600℃灼烧4h，冷却后贮于密闭容器中。用前于105℃烘4h。

3.2.5 氧化铝：中性，层析用，100～200目。在550℃灼烧4h，冷却后贮于密闭容器中。用前于130℃烘5h。

3.2.6 氯化钠溶液：饱和水溶液。

3.2.7 速灭磷标准品：纯度≥95%。

3.2.8 速灭磷标准溶液：准确称取适量的速灭磷标准品，用二氯甲烷溶解并配成浓度为1.00 mg/mL的标准储备液，根据需要再用二氯甲烷稀释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，配有火焰光度检测器及磷滤光片(526nm)。

3.3.2旋转蒸发器。

3.3.3 均质机：3000 r/min。

3.3.4 心形瓶：200 mL，带有定容5mL的尾管。

3.3.5 抽滤漏斗：60 mm(内径)。

3.3.6 分液漏斗：500mL。

3.3.7 抽滤瓶：250 mL。

3.3.8 微量注射器：10 μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样40g(精确到0.1g)于均质瓶中，加入100 mL丙酮，于3000 r/min均质3min。提取液经用抽滤漏斗抽滤至抽滤瓶中，用50 mL丙酮分3次洗涤均质瓶及滤渣，滤液并入抽滤瓶中。将滤液全部转移到500 mL分液漏斗中，加入250mL水、25mL氯化钠饱和溶液，摇匀。加入50mL二氯甲烷，充分振荡2min，静置分层后，放出二氯甲烷层于烧杯中。水层中再加入50mL二氯甲烷，振荡提取。合并两次二氯甲烷提取液于烧杯中。

3.4.2 净化

在二氯甲烷提取液中加入30g无水硫酸钠(3.2.3)，不时用玻璃棒搅拌，放置30 min使脱水。再加入1g氧化铝(3.2.5)、0.5g活性炭(3.2.4)，用玻璃棒搅拌1min。用快速定量滤纸过滤于心形瓶中，残渣用少量二氯甲烷充分洗涤并过滤。合并滤液和洗液，于40℃以下水浴中减压浓缩(切勿使干)，用二氯甲烷定容至5mL，溶液供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a)色谱柱：玻璃柱，1.6m×3.2mm(id)，填充物为1.5% (m/m)OV-17+1.95% (m/m)QF-1，涂于Chromosorb W AW—Carbowax 20M键合担体(100～200目)；

b)色谱柱温度：185℃；

c)进样器温度：220℃；

d)检测器温度：260℃；

e)氮气：纯度≥99.99%，65mL/min；

f)氢气：50mL/min；

g)空气：60 mL/min；

h)进样量：2μL。

3.4.3.2 色谱测定

根据样液中速灭磷含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中速灭磷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，速灭磷色谱峰保留时间约为4min。标准品色谱图见附录A中图A1。

3.4.4 空白试验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

3.4.5 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算：

$$X = \frac{h \bullet c \bullet V}{h_s \bullet m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：X——试样中速灭磷残留量，mg/kg；

h——样液中速灭磷的峰高，mm；

h_s——标准工作溶液中速灭磷的峰高，mm；

c——标准工作溶液中速灭磷的浓度，μg/mL；

V——样液最终定容体积，mL；

m——最终样液所代表的试样量，g。

注：计算结果需扣除空白值。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法的测定低限为0.05mg/kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：

速灭磷添加浓度在0.05mg/kg时，回收率为89.4%；

速灭磷添加浓度在0.1mg/kg时，回收率为88.1%；

速灭磷添加浓度在0.5mg/kg时，回收率为91.5%。

附 录 A
(提示的附录)
标准品气相色谱图

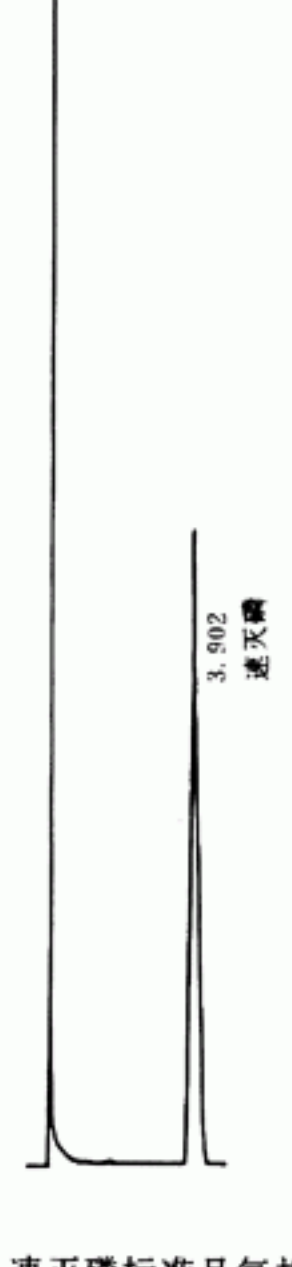


图 A1 速灭磷标准品气相色谱图