

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口水果中三硫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、梨、杏、李子、桃和柑桔中三硫磷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过1 500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500g作为原始样品，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1 kg，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℃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

以石油醚提取，脱水、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

3.2.1 石油醚：分析纯，重蒸馏，收集65~75℃馏分。

3.2.2 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，冷却后贮于密闭容器中。

3.2.3 三硫磷标准品：纯度≥95%。

3.2.4 三硫磷标准溶液：准确称取适量的三硫磷标准品，用石油醚配成浓度为1.000mg／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 气相色谱仪并配有火焰光度检测器，磷滤光片(526nm)。汽化室内的石英管和柱前端的石英棉需经常更换，以达到净化的操作要求。

3.3.2 锥形瓶：具磨口塞，250mL。

3.3.3 刻度试管：具磨口塞，10mL。

3.3.4 振荡器。

3.3.5 旋转蒸发器。

3.3.6 心形瓶：200mL。

3.3.7 全玻璃系统蒸馏装置。

3.3.8 无水硫酸钠柱：筒形漏斗，内装5cm高的无水硫酸钠。

3.3.9 微量注射器：10μL、100μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样约20g(精确到0.1g)于锥形瓶内，加50mL石油醚，振荡45min，用已经石油醚浸洗过的滤纸过滤，再用25mL石油醚分数次洗涤锥形瓶、残渣和滤纸。合并滤液，经无水硫酸钠柱脱水，收集于心形瓶内。用少量石油醚分数次洗涤无水硫酸钠柱，流出液收集于心形瓶内。在55℃水浴中减压旋转浓缩后，转移至刻度试管内，用少量石油醚分数次洗涤心形瓶，并入刻度试管，定容至10mL，供气相色谱测定。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃柱，1m×3mm(内径)，填充物为3% (m／m)OV—101涂于Chromosorb W HP (80~100目)；

b. 色谱柱温度：200℃；

c. 进样口温度：240℃；

d. 检测器温度：240℃；

e. 氮气：纯度≥99.99%，50mL／min；

C. 氢气：50mL／min；

d. 空气：60mL／min；

3.4.2.2 色谱测定

根据样液中枯硫磷含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中三硫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，三硫磷保留时间约为4min。

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 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按下列公式计算：

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

式中：X—试样中三硫磷残留量，mg／kg

A—样液中三硫磷的峰高，mm，

h_s—标准工作溶液中三硫磷的峰高，mm；

c—标准工作溶液中三硫磷的浓度，μg／mL；

m—称取的试样量，g；

V—样液最终定容体积，mL。

注：计算结果需扣除空白值。

4 方法的测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法的测定低限为0.1mg/kg

4.2 回收率

回收率的实验数据：三硫磷浓度在0.1~5.0mg／kg范围，回收率为91.4%~99.6%。

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北京、秦皇岛进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人刘锦石、张军、王嘉瑞、邹连生。

主要参考文献：

FDA—PESTICIDE ANALYTICAL MANUAL，V01. II，180.156，1985。