

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口柑橘中硫丹残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口柑橘中硫丹残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

抽样以检验批为单位，每检验批不得超过1 500件。同一检验批应具有同一包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 样本大小

批量，件	最低抽取数，件
1～25	1
26～100	5
101～250	10
251～1500	15

2.3试样的制备

抽样必须按产地、分批次、论等级在不同部位随机取样，每件至少抽取500g作为原始样品，原始样品总量不得少于2 000g。

将所取的原始样品缩分出1000g，作为实验室样品，去皮去籽，取可食部分，经捣碎机捣碎后均分成两份，装入洁净容器内密封，作为试样，并贴上标签，注明品名、日期、产地、垛位、报验号、申请单位、抽样人。

注：在抽样和制样的操作中，必须防止样品受到污染和发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

用丙酮提取试样中的硫丹，提取液用石油醚萃取，过弗罗里硅土柱净化，然后用石油醚—乙醚混合液淋洗，洗脱液用带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

3.2.1 丙酮，分析纯，重蒸馏。

3.2.2 石油醚：于全玻璃系统重蒸馏，收集65～75℃馏分。取300mL在旋转蒸发器中浓缩至5mL，在与测定方法相同的色谱条件下，取5μL进行测定，不得有干扰被测物的杂峰。

3.2.3 乙醚：全玻璃系统重蒸馏，收集32～34℃馏分，干扰物检查同石油醚。

3.2.4 蒸馏水：取100mL蒸馏水用10mL石油醚提取。在与测定方法相同条件下，取5μL提取液进行色谱测定，应无石油醚以外的杂峰。

3.2.5 无水硫酸钠：分析纯。650℃灼烧4h，贮于干燥器备用。使用前应于130℃烘干5h。

3.2.6 氯化钠水溶液（50g/L）：将50g分析纯氯化钠用蒸馏水（3.2.4）溶解，稀释到1L。

3.2.7 弗罗里硅土（60～80目）：650℃灼烧4h，贮于干燥器中备用。使用前应于130℃干燥5h。

3.2.8 石油醚—乙醚混合液（4±1）：将400mL石油醚（3.2.2）与100mL乙醚（3.2.3）混合均匀。

3.2.9 硫丹标准品：硫丹纯度大于99%。

3.2.10 硫丹标准溶液的配制：准确称取适量硫丹标准品（精确至0.000 2g），用石油醚溶解，并稀释至浓度为1.0mg／mL的标准贮备溶液。根据需要再配制成适用的标准工作溶液。

3.3仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪，并配备电子俘获检测器。

3.3.2组织捣碎机：3000r／min。

3.3.3旋转蒸发器。

3.3.4 层析柱：30cm×1.5cm（内径），具活塞及砂芯板。

3.3.5分液漏斗：500mL。

3.3.6 容量瓶：200mL。

3.3.7 无水硫酸钠柱：10cm×2cm筒形漏斗，内装约3～4cm高的无水硫酸钠（3.2.5）。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样100.0g于组织捣碎机（3.3.2）内，加入200mL丙酮（3.2.1），均浆2min，然后抽滤。用少量丙酮洗涤捣碎机缸及残渣数次。将油滤液和洗涤液合并，用丙酮定容至250mL。

从上述溶液中移取50mL于500mL分液漏斗中，加入氯化钠水溶液（3.2.7）100mL，加石油醚（3.2.2）萃取二次（每次30mL），合并二次萃取液，通过无水硫酸钠柱（3.3.7）。将过柱后的溶液用旋转蒸发器浓缩至1～3mL（浓缩时加热不得超过45℃）。

3.4.2 净化

于层析柱（3.3.4）内加1cm高的无水硫酸钠（3.2.5），在其上加10g弗罗里硅土（3.2.7），再加无水硫酸钠（3.2.5）约2cm高，将柱敲实。用50mL石油醚（3.2.2）预淋层析柱。待柱内液面下降至上部无水硫酸钠层时，将浓缩液移入柱内，以5mL／min的流速过柱。用二份10mL石油醚（3.2.2）淋洗容器，将淋洗液移入柱内，再用少量石油醚（3.2.2）淋洗管壁数次，用石油醚—乙醚混合液（3.2.8）以5mL／min的流速洗脱收集至20mL为净化样液，供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱：2m×3mm（内径）。柱1：填充物为涂有3%（m／m）QF—1的ChromosorbWAWO（80～100目）。或柱2：填充物为涂有6.4%（m／m）OV—17+1.6%（m／m）QF—1的ChromosorbWAWO（80～100目）；

b. 柱温：195℃；

c. 进样口温度：220℃；

d. 检测器温度：250℃；

e. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，60mL／min。

3.4.3.2 色谱测定

准确地吸取适量净化液进行浓缩或稀释后定容，用10μL微量注射器吸取3～8μL进行色谱测定，同时选择与样液中硫丹含量相近的标准工作溶液进行色谱测定。

注：实际使用的标准工作溶液及样液，响应值均应在仪器检测器检测的线性范围内。

3.4.4 空白试验

按上述步骤进行试剂空白试验。

3.4.5结果计算

使用色谱数据处理机或按下式计算：

$$X=\frac{h\times c'\times V'}{h'\times c\times V}$$

式中：X—硫丹残留量，mg／kg；

h—样液中硫丹峰高，mm；

h'—标准工作溶液中硫丹峰高，mm；

c—样液浓度，g／μL；

c'—标准溶液中硫丹浓度，μg／μL；

V—样液进样体积，μL；

V'—标准工作溶液体积，μL。

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福建进出口商品检验局、山东进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人林碧珍、宋培荣、刘钢。