

出口水果中甲基对硫磷残留量检验方法

Method for determination of parathion methyl residue in fruit for export

SN 0161—92

代替ZB B31008—88

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口苹果中甲基对硫磷残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口苹果中甲基对硫磷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过1500件为一检验批，同一检验批的包装、标记、产地、规格、等级等必须相同。

2.2 样本大小

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

2.3 试样的制备

从每件中至少抽取500g作为原始样品，从中缩分出实验室样品，实验室样品总量不得少于4kg。

将取回的实验室样品去梗去核，取可食部分，切碎，用四分法缩分出1kg，置高速组织捣碎机中捣碎，均分成两份，作为试样，装入洁净容器内，密封冷藏，填写标签，注明品名、日期、产地、垛位、报验号、申请单位、取样人。

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

试样用丙酮提取，然后用二氯甲烷萃取，经脱水、浓缩，或浓缩后经氧化铝层析净化，用带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 中性氧化铝(层析用，200～300目)：400℃灼烧3h，贮于干燥器备用，用前每100g加入5mL纯水，放置过夜。

3.2.2 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，贮于干燥器中备用。

3.2.3 二氯甲烷：分析纯，重蒸馏。

3.2.4 丙酮：分析纯，重蒸馏。

3.2.5 硫酸钠水溶液(20g/L)：将20g无水硫酸钠(3.2.2)用蒸馏水溶解，并稀释至1L。

3.2.6 甲基对硫磷[0，0—二甲基—0—(对—硝基苯基)硫逐磷酸酯]标准品：纯度99%以上。

3.2.7 甲基对硫磷标准溶液：准确称取(精确至0.000 2g)适量的甲基对硫磷(3.2.6)，用二氯甲烷(3.2.3)配成浓度为100μg／mL的标准贮备溶液。根据需要再配制成适用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(磷滤光片)。

3.3.2 高速组织捣碎机：8 000～10 000r／min。

3.3.3 康氏振荡器。

3.3.4 全玻璃系统蒸馏装置。

3.3.5 旋转蒸发器或K—D浓缩器。

3.3.6 分液漏斗：500mL。

3.3.7 无水硫酸钠柱：筒形漏斗，内装5cm高的无水硫酸钠(3.2.2)。

3.3.8 净化柱：350mm×8mm(内径)玻璃层析柱，下填玻璃棉1cm，依次充填10cm高的中性氧化铝(3.2.1)和2cm厚的无水硫酸钠(3.2.2)。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取50.0g试样于具塞锥形瓶中，加入40mL丙酮(3.2.4)，浸泡80min。用康氏振荡机振荡40min，用布氏漏斗抽滤，滤渣及锥形瓶用30mL丙酮(3.2.4)洗涤，将全部滤液转入分液漏斗，加入相当于两倍丙酮体积的硫酸钠水溶液(3.2.5)，摇匀。用50mL二氯甲烷(3.2.3)萃取两次，每次振荡1min。合并二氯甲烷萃取液，并通过无水硫酸钠柱(3.3.7)脱水，用少量二氯甲烷洗涤容器及无水硫酸钠柱。将脱水后的二氯甲烷萃取液收集于K—D浓缩器或旋转蒸发器中，在40℃水浴中浓缩至10mL，直接进样；或浓缩至1mL，按3.4.2条进行净化。

3.4.2 净化

浓缩液转入净化柱(3.3.8)，用10mL二氯甲烷(3.2.3)洗涤容器并用洗涤液淋洗，淋洗液收集于接收瓶中，定容10mL，供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件(可根据所用仪器另行优选)

a. 色谱柱：2m×3mm(内径)玻璃柱，填充物为涂有5% (m／m)QF—1的GasChromQ(60～80目)；

b. 柱温：220℃；

c. 进样口温度：220℃；

d. 检测器温度：280℃；

e. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，80mL／min；

f. 氢：55mL／min；

g. 空气：100mL／min。

3.4.3.2 色谱测定

准确吸取适量的样液注入气相色谱仪，并测量其峰值。用相应的工作曲线估计样液中农药的大约浓度，然后取与样液中农药浓度最接近的标准工作溶液与样液同时进行气相色谱测定。

注：样液不经净化而直接进行测定时，需要在色谱仪进样口进样管中装填约5cm长的硅烷化的石英棉。当发现石英棉有污染时，要更换清洁的石英棉。

3.4.4 空白试验

按上述有关操作进行试剂空白试验。

3.4.5 结果计算

用色谱数据处理机或按下式计算，求出含量。

$$x=\frac{h\times c\times v}{h'\times m}$$

式中：x—甲基对硫磷的含量，mg／kg；

h—样液中农药峰高，mm；

h'—标准工作溶液中农药的峰高，mm；

c—标准工作溶液中农药的浓度，μL／mL；

m—试样量，g；

v—样液的定容体积，mL。

注：计算结果时，需将空白值扣除。

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陕西进出口商品检验局、山东进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人庄金侍、刘钢。