

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口水果蔬菜中百菌清残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口柑桔和青刀豆中百菌清残留量的检验。

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
251～500	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，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

将试样于一18℃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

试样经磷酸酸化，以石油醚提取，在石油醚—中性氧化铝—乙醚体系中净化，用配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

除特殊规定外，所用试剂均为分析纯，水为重蒸馏水。

3.2.1 磷酸。

3.2.2 石油醚 (30～60℃)。

3.2.3 乙醚。

3.2.4 磷酸溶液：1+1 (V/V)。

3.2.5 氧化铝：中性、层析用，70～325目，常态。

3.2.6 百菌清标准品：纯度≥99%。

3.2.7 百菌清标准溶液：准确称取适量的百菌清标准品，用石油醚配成0.100mg/mL的标准溶液，根据需要再配成适当浓度的标准工作液。

3.3仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪，配有电子俘获检测器。

3.3.2 高速组织捣碎机。

3.3.3 旋涡混匀器。

3.3.4 离心机：0～5 000r/min。

3.3.5 多功能微量化样品处理仪或相当者。

3.3.6 离心管：50mL、25mL。

3.3.7 微量注射器：10μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取约2g试样 (精确至0.01 g)于50mL离心管中，加入1mL磷酸溶液 (1+1)，混匀，加入4mL石油醚，在旋涡混匀器上混匀1 min。以3 000r/min离心2min，将石油醚层移至25mL离心管中。残渣再用4mL石油醚以同样步骤提取一次，合并有机相。

3.4.2 净化

于石油醚提取液中加入1g中性氧化铝，在旋涡混匀器上混匀1min，以3 000r/min离心2min，将石油醚层全部倾弃。氧化铝层用3×4mL乙醚提取，将乙醚层合并于另一支25mL离心管中，置多功能微量化样品处理仪上，于40℃通氮气挥发浓缩至干，用石油醚定容至1.00mL，供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 毛细管色谱柱：HP—1 (dimethylpolysiloxane，Gum)10m×0.53mm (id)×2.65μm石英柱或相当的色谱柱；

b. 色谱柱温：190℃；

c. 进样口温度：230℃；

d. 检测器温度：300℃；

e. 载气、尾吹气：氮气 (纯度≥99.99%)；载气流速4mL/min；尾吹气流速40mL/min；

f. 进样方式，填充柱进样口进样；

g. 进样量：2μL。

3.4.3.2 色谱测定

根据样液中百菌清含量情况，选择峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中百菌清的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。在上述色谱条件下百菌清保留时间约为2.2 min。

3.4.4 空白试验

除不加试样外，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下式计算试样中百菌清含量：

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

式中：X—试样中百菌清含量，mg/kg；

h—样液中百菌清的峰高，mm；

h_s—标准工作溶液中百菌清的峰高，mm；

c—标准工作液中百菌清的浓度，μg/mL；

V—样液最终定容体积，mL；

m—称取的试样量，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0.01 mg/kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：百菌清添加浓度在0.01～2.0mg/kg范围内，回收率为90.4%～100.2%。

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厦门进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人周昱、刘胜利。