出口水果中乐杀螨残留量检验方法

Method for the determination of binapacryl residues in fruits for export

SN 0523—1996

前言

本标准是根据GB／T1.1—1993《标准化工作导则　第1单元：标准的起草与表达规则　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、兽药残留及生物毒素检验方法标准编写的基本规定》的要求而进行编写的。其中测定方法采用了美国食品药物管理局农药残留量分析手册Vol.Ⅰ,Sec.212.13中乐杀螨残留量检验方法。技术内容与原方法相同，经验证后，按规定格式要求作了编辑性修改。在标准中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乐杀螨残留量的最高残留限量和测定方法的灵敏度而制定的。

附录A为提示的附录。

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：中华人民共和国山东进出口商品检验局。

本标准主要起草人：刘炳、孙忠松、高建国。

1 范围

本标准规定了出口水果中乐杀螨残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口苹果中乐杀螨残留量的检验。

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，标明标记。

2.5 试样保存

将试样于－18℃以下冷冻保存。

注：在取样和试样制备的操作过程中，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

用水—乙腈提取试样中残留的乐杀螨，再用石油醚提取。经弗罗里硅土柱净化，洗脱液浓缩后，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 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

3.2.1 乙腈。

3.2.2 石油醚：重蒸馏。

3.2.3 乙醚。

3.2.4 正己烷。

3.2.5 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，贮于密闭容器中备用。

3.2.6 弗罗里硅土：层析用，80目～100目，680℃灼烧6h，贮于干燥器内，放于暗处。使用前于130℃烘5h，再天内有效。

3.2.7 氯化钠溶液：饱和水溶液。

3.2.8 乙醚—石油醚溶液（15+85）。

3.2.9 乐杀螨标准品：纯度＞99%。

3.2.10 乐杀螨标准溶液：准确称取适量的乐杀螨标准品，用正己烷溶解，并配制成0.10 mg／mL的标准储备溶液。再根据需要用正己烷稀释储备液配成适当浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配有电子俘获检测器。

3.3.2 组织捣碎机。

3.3.3 布氏漏斗。

3.3.4 分液漏斗：100 mL。

3.3.5 微量注射器：10μL。

3.3.6 K—D浓缩器。

3.3.7 弗罗里硅土柱：20cm×2cm（id），内装10cm高的弗罗里硅土（3.2.6）。顶部装1cm高的无水硫酸钠。使用前用40 mL～50 mL石油醚预洗。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取100 g试样（精确至1 g），置于组织捣碎机中，加入200 mL乙腈和50 mL水。高速混合2min，通过铺有滤纸的布氏漏斗抽滤。将滤液移至分液漏斗中，加入100 mL石油醚，振摇1min～2min，再加入10 mL氯化钠溶液和600 mL水，用力振摇30 s～45s。静置分层，弃去水相。用2×100 mL水洗涤，弃去水相。加入15g无水硫酸钠，用力振摇（防使提取液与无水硫酸钠在一起超过1 h），用K—D浓缩器浓缩至5mL～10 mL后进行净化。

3.4.2 净化

将石油醚提取液移入弗罗里硅土柱内，以5mL／min的流速流过柱子，然后用2×5mL的石油醚洗涤容器并倒入柱内。用少量的石油醚冲洗柱壁，再用200 mL石油醚以5mL／min的流速淋洗柱子，弃去上述流出液，用200 mL乙醚—石油醚溶液（15+85）以5mL／min的流速洗脱。用带有刻度收集器的K—D浓缩器将洗脱液浓缩并定容至10 mL。

3.4.3 测定

3.4.3.1 气相色谱条件：

a)色谱柱：玻璃填充柱，2m×3mm（id）；内填涂有10% DC 200或OV—101的Chromosorb W—HP，80目～100目；

b)色谱柱温度：200℃；

c)进样口温度：220℃；

d)检测器温度：230℃；

e)载气：氮气，纯度≥99.99%，60mL／min；

f)进样体积：2μL。

3.4.3.2 色谱测定

根据试样中被测农药含量情况，选定色谱峰高相近的标准工作溶液，标准工作溶液和待测样液中农药的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对标准工作溶与样液应等体积进样测定。在上述色谱条件下，乐杀螨的保留时间约为12min。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）计算试样中乐杀螨残留含量：

$$X = \frac{h \cdot c \cdot V}{h_s \cdot m} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

式中：X—试样中乐杀螨含量，mg／kg；

h—样液中乐杀螨的色谱峰高，mm；

h_s—标准工作液中乐杀螨的色谱峰高，mm；

c—标准工作液中乐杀螨的浓度，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：计算结果需将空白值扣除。

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

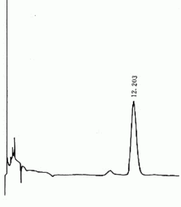
回收率的实验数据：

乐杀螨的添加浓度在0.05mg／kg时，回收率为95.9%；

乐杀螨的添加浓度在0.30 mg／kg时，回收率为98.4%；

乐杀螨的添加浓度在1.00 mg／kg时，回收率为101.0%。

附　录　A
（提示的附录）
标准品色谱图



图A1　乐杀螨标准品色谱图