

前言

本标准是根据GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 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、兽药残留量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。其中测定方法等同采用了美国AOAC公定分析方法(1990年十五版972.29)，技术内容相同，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通常规定的最高限量以及本方法的灵敏度而制定的。

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：中华人民共和国深圳进出口商品检验局。

本标准主要起草人：潘坤永、谢丽琪、蓝芳。

1 范围

本标准规定了出口水果、蔬菜中福美双残留量检验的抽样、制样和分光光度测定方法。

本标准适用于出口苹果、芹菜中福美双残留量的检验。

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500 g作为原始样品，原始样品总量不得少于4kg，加封后，标明标记，及时送交实验室。

2.4 样品制备

将所取的原始样取可食部分，经组织捣碎，均分成两份，装入清洁容器内，作为试样，加封后，并标明标记。

2.5 试样保存

将试样于-18℃以下冷冻保存。

注：在抽样及制样操作过程中，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

用三氯甲烷提取试样中残留的福美双，并用固体碘化铜处理，形成棕褐色的可溶于三氯甲烷的二甲基二硫代氨基甲酸铜，于440 nm处测定吸光度，用标准曲线法定量。

3.2 试剂和材料

除特殊规定外，试剂均为分析纯。

3.2.1 三氯甲烷。

3.2.2 碘化亚铜。

3.2.3 无水硫酸钠：650℃灼烧4h后，储于密封容器中保存备用。

3.2.4 福美双标准品：纯度≥99%。

3.2.5 福美双标准溶液

3.2.5.1 标准储备液：500 μg/mL。称取50.0 mg福美双标准品，用三氯甲烷溶解，然后用三氯甲烷定容至100mL。

3.2.5.2 标准工作液：25μg/mL。准确吸取5.0 mL标准储备液，用三氯甲烷定容至100mL。

3.3 仪器和设备

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 锥形瓶：具塞，25mL。

3.3.3 容量瓶：25mL，100 mL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取约2kg(精确至1g)试样，放入合适的容器内，加入500 mL三氯甲烷，用软木塞封紧，剧烈振摇5min，提取液倾入烧瓶内。

3.4.2 脱水

在所得的提取液中，按每100 mL用约5g的比例，加入无水硫酸钠，塞住瓶口，振摇5min，经折叠的12号滤纸或其他同等物过滤，滤液供测定用。

3.4.3 测定

3.4.3.1 标准工作曲线的绘制

分别吸取0.30、0.50、1.00、2.00、5.00、10.00 mL标准工作液于25mL容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度。该溶液分别含福美双0.30、0.50、1.00、2.00、5.00、10.00μg/mL。

分别取约10 mL上述溶液于具塞锥形瓶中，各加10 mg碘化亚铜，放置1h。其间，并不时振摇，然后用定量滤纸(Φ9cm)过滤。以三氯甲烷作参比，在440 nm波长处测吸光度A，以 A对福美双浓度μg/mL作图，得标准工作曲线。

3.4.3.2 样液的测定

取约10 mL滤液(3.4.2)到具塞锥形瓶中，按3.4.3.1从“各加10mg碘化亚铜”起，往下进行。另以一份未加碘化亚铜处理的滤液，作参比。由标准工作曲线得到以μg/mL表示的福美双浓度。

3.5 结果计算与表述

按式(1)计算试样中福美双残留量：

$$X = \frac{c \cdot V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：X—试样中福美双含量，mg/kg；

c—标准工作曲线上得到的样液中福美双浓度，μg/mL；

V—提取试样所用的三氯甲烷体积，mL；

m—试样量，g。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法的测定低限：0.3mg/kg；

4.2 回收率

回收率的实验数据：

福美双的添加浓度在0.30mg/kg时, 苹果和芹菜试样的回收率分别为100.7%和95.9%；

福美双的添加浓度在1.10mg/kg时, 苹果和芹菜试样的回收率分别为99.6%和93.1%；

福美双的添加浓度在7.04mg/kg时, 苹果和芹菜试样的回收率分别为97.6%和99.1%；