

**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》的要求进行编写的。其中测定方法是参考国内外有关文献，经研究、改进和验证后而制定的。本标准同时制定了抽样和制样方法。

测定低限是根据国际上对蔬菜中邻苯基苯酚残留量的最高限量和测定方法的灵敏度而制定的。

本标准的附录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：中国进出口商品检验技术研究所。

本标准主要起草人：王超、刘瑜。

本标准系首次发布的行业标准。

**1 范围**

本标准规定了出口蔬菜中邻苯基苯酚残留量检验的抽样、制样和液相色谱测定方法。 本标准适用于出口番茄及辣椒中邻苯基苯酚残留量的检验。

**2 抽样和制样**

2.1 检验批

以不超过1500件为一个检验批。

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约1kg，取可食部分，经组织捣碎机均浆后分成两份，装入洁净容器内，作为试样。密封，并标明标记。

2.5 试样保存

试样于－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

用乙酸乙酯提取试样中残留邻苯基苯酚。提取液经过滤、浓缩后，用流动相定容。用配有荧光检测器的液相色谱仪测定，外标法定量。

3.2 试剂和材料

除另有规定外，试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

- 3.2.1 乙酸乙酯。
- 3.2.2 甲醇：色谱纯。
- 3.2.3 乙腈：色谱纯。
- 3.2.4 磷酸盐缓冲溶液 (pH8.0)：称取1.722g磷酸氢二钾与0.120g磷酸二氢钾，溶于水中，然后用水定容至1000 mL。
- 3.2.5 邻苯基苯酚标准品：纯度≥99.5%。
- 3.2.6 邻苯基苯酚标准溶液：准确称取适量的邻苯基苯酚标准品，用甲醇配成浓度为500 μg/mL的标准储备液，根据需要再用流动相稀释成适当浓度的标准工作溶液。
- 3.3 仪器和设备
- 3.3.1 液相色谱仪：配有荧光检测器。
- 3.3.2 注射器：50 μL。
- 3.3.3 旋转蒸发器。
- 3.3.4 组织捣碎机。
- 3.3.5 振荡器。
- 3.4 测定步骤
- 3.4.1 提取
- 称取试样约10.0 g(精确到0.1g)，放入250 mL锥形瓶中，加入50 mL乙酸乙酯，于振荡器上振荡30 min。混合物经漏斗过滤，滤液收集在200 mL圆底烧瓶中。将残渣再移入原锥形瓶中。加入30 mL乙酸乙酯，继续振荡5min，过滤。用10 mL乙酸乙酯洗涤锥形瓶及漏斗。合并滤液及洗液，于40℃减压浓缩至约0.5mL。用流动相定容至100 mL。经0.45 μm滤膜过滤后，进行液相色谱测定。
- 3.4.2 测定
- 3.4.2.1 色谱条件
- a)色谱柱：CLC C<sub>8</sub> (M)柱，150mm×4.6mm (内径)，或相当者；
- b)保护柱：CLC G-C<sub>8</sub>保护柱，或相当者；
- c)色谱柱温度：35℃；
- d)检测波长：激发波长285nm，发射波长350 nm；
- e)流动相：甲醇—乙腈—磷酸盐缓冲溶液 (3+3+4)；
- f)流速：1.0mL/min。
- 3.4.2.2 色谱测定
- 根据样液中邻苯基苯酚含量情况，选定峰高相近的邻苯基苯酚标准工作溶液。标准工作溶液和样液中的邻苯基苯酚的响应值均应在仪器的检测线性范围内。对标准工作液和样液等体积参插进样测定。在上述色谱条件下，邻苯基苯酚的保留时间约为12.7min。标准品的色谱图如附录A中图A1。

3.4.3 空白试验

除不称取试样外，均按上述测定步骤进行。

3.5 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中邻苯基苯酚的残留含量：

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

式中：X—试样中邻苯基苯酚残留含量，mg/kg；

h—样液中邻苯基苯酚的峰高，mm；

h<sub>s</sub>—标准工作液中邻苯基苯酚的峰高，mm；

c—标准工作液中邻苯基苯酚的浓度，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0.5mg/kg。

4.2 回收率

邻苯基苯酚添加浓度及其回收率的实验数据：

在番茄中，在0.1mg/kg时，回收率为98：9%；

在0.5mg/kg时，回收率为98.2%；

在10.0 mg/kg时，回收率为99.6%。

在辣椒中，在0.1mg/kg时，回收率为100.5%；

在0.5mg/kg时，回收率为91.4%；

在10.0 mg/Kg时，回收率为90.2%。

**附 录 A**  
(提示的附录)  
**标准品色谱图**

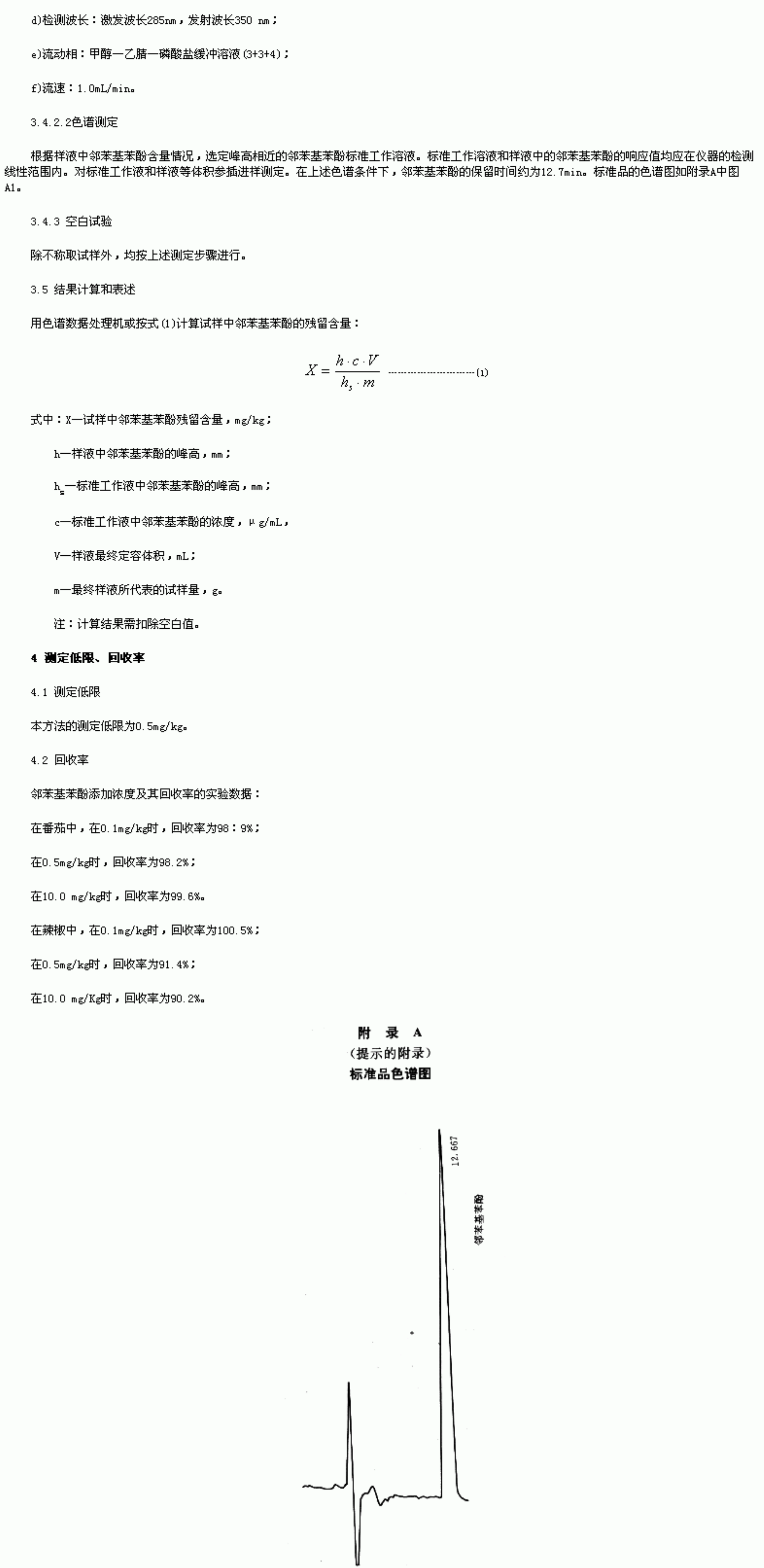


图 A1 邻苯基苯酚标准品液相色谱图