SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0155—92

出口水果中内吸磷残留量检验方法

Method for determination of demeton residue in fruit for export

1992-12-25发布　　1993-05-01实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局　发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口水果中内吸磷残留量检验方法

SN 0155—92

Method for determination of demeton residue in fruit for export

代替 ZB X24 012—87

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口柑橘中内吸磷残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口柑橘中内吸磷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 1 500 件为一检验批，同一检验批内商品应具有同一的特征，如包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 样本的大小

每批件数	最低抽样件数
1～25	1
26～100	5
101～250	10
251～1500	15

2.3 抽样方法

抽样必须按产地、分批次、论等级在不同部位随机抽样，每件至少取 500g 作为原始样品。原始样品总量不得少于 2 000g。

2.4 试样的制备

将原始样品缩分出 1 000g，去皮去籽，取可食部分，经组织捣碎机捣碎，均化成二份，装入洁净容器内，密封，作为实验室试样。并填写标签，注明品名、日期、产地、垛位、报验号、申请单位、抽样人。

注：在抽样和制样操作中，必须防止样品受到污染或发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

试样中的内吸磷残留经丙酮提取，加硫酸钠水溶液后，用石油醚萃取。用气相色谱仪火焰光度检测器检测，外标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 石油醚：分析纯，重蒸馏，收集 65～75℃馏分。

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1992-12-25 批准　　1993-05-01 实施

3.2.2 丙酮：分析纯，重蒸馏。

3.2.3 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧 4h，贮于密封瓶中备用。

3.2.4 硫酸钠水溶液(20g/L)：将 2g 无水硫酸钠(3.2.3)溶于 100mL 蒸馏水中。

3.2.5 农药标准品：内吸磷(硫酮式)，纯度大于 98%。

3.2.6 标准溶液的配制：准确称取适量的内吸磷标准品(3.2.5)，用少量的苯溶解，然后用石油醚配制成浓度为 0.100mg/mL 的标准储备溶液，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 气相色谱仪并配有火焰光度检测器，磷滤光片 526nm。

3.3.2 分液漏斗：250mL，500mL。

3.3.3 容量瓶：50mL。

3.3.4 振荡器。

3.3.5 旋转蒸发器。

3.3.6 气流吹蒸浓缩装置。

3.3.7 全玻璃系统蒸馏装置。

3.3.8 无水硫酸钠柱：筒形漏斗，内装 5cm 高的无水硫酸钠(3.2.3)。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取捣碎成糜的试样 20.0g 于锥形瓶内，加丙酮 40mL，振荡 45min。

3.4.2 净化

将提取液过滤于 250mL 分液漏斗内，用 15mL 丙酮分数次洗涤残渣，并用 40mL 石油醚从残渣上滤下。弃去残渣。加硫酸钠水溶液(3.2.4)150mL 于分液漏斗内，猛烈振摇 1min。静置分层。分出石油醚。在丙酮水溶液中继加 30mL 石油醚萃取。合并石油醚并通过无水硫酸钠柱(3.3.8)脱水，浓缩并定容至 50mL，供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃柱，2m×3mm(内径)。填充物为 4%(m/m)SE-30 和 6%(m/m)OV-210 混合液涂于 Gas Chrom Q(80～100 目)；

b. 柱温：170℃；

c. 进样口温度：220℃；

d. 检测器温度：250℃；

e. 载气：高纯氮，纯度＞99.99%，22mL/min；

f. 氢气：150mL/min；

g. 空气：100mL/min。

3.4.3.2 色谱测定

准确地取适量上述净化液(必要时进行浓缩或稀释后再定容)，作为色谱测定的样液，同时选择与样液中农药含量相近的标准工作溶液进行色谱测定。

注：① 内吸磷农药的保留时间约为 2.2min。

② 实际使用的标准溶液与样液中农药的响应值均应在仪器检测的线性范围之内。样液测定过程中要穿插注入标准工作溶液以检查检测器的灵敏度。

③ 柱前简易净化方法如下：在汽化室的进样管里填入少量石英棉或者不填也可，让一些不能汽化的杂质沉积在石英管内，可以采用经常调换清洁的石英管，或者调换色谱柱前端填入的石英棉，均可达到同样的目的。

3.4.4 空白试验

按上述操作条件进行试剂空白试验。

3.4.5 结果计算

用色谱数据处理机按适当程序计算内吸磷残留量，也可按下式计算：

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

式中：x——内吸磷残留量，mg/kg；

h——样液中农药峰高，mm；

h'——标准工作溶液中农药峰高，mm；

c——标准工作溶液中农药浓度，μg/mL；

m——试样量，g；

V——样液的定容体积，mL。

注：计算结果需将空白值扣除。

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上海进出口商品检验局、浙江进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人陈余英、习娟华、朱宏。