SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0162—92

出口水果中甲基托布津残留量检验方法

Method for determination of thiophanate-methyl 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

出口水果中甲基托布津残留量检验方法

SN 0162—92

Method for determination of thiophanate-methyl residue in fruit for export

代替 ZB B31 011—88

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口柑橘中甲基托布津残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口柑橘中甲基托布津残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

每检验批不得超过 1 500 件。同一检验批内商品应具有同一特征，如包装、标记、产地、等级和规格等。

2.2 样本大小

批量，件	最低抽取数，件
1～25	1
26～100	5
101～250	10
250～1 500	15

2.3 试样的制备

取样必须分批次，按产地、等级在不同部位随机取样，每件至少取 500g，原始样品总量不得少于 2 000g。

将所取样品缩分出 1 000g，去皮去籽，取可食部分，用组织捣碎机捣碎，均分成两份，装入洁净容器内，密封，作为试样，贴上标签，注明品名、日期、产地、报验号、申请单位、抽样人。

注：在抽样和制样的操作中，必须防止样品受到污染和发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

用丙酮提取柑桔试样中甲基托布津残留，经二氯甲烷分配净化，用带有火焰光度检测器（硫滤光片）的气相色谱仪测定，外标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 二氯甲烷：分析纯，重蒸馏。

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，贮于密封瓶内。

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

3.2.4 硫酸钠水溶液(50g/L):将无水硫酸钠(3.2.3)50g 用蒸馏水溶解,并稀释至 1L。

3.2.5 甲基托布津标准品:含量大于 99%。

3.2.6 甲基托布津标准溶液:称取适量的甲基托布津标准品(3.2.5),用二氯甲烷配制成浓度为 0.100mg/mL 的标准溶液。根据需要再配制成适当的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪:配有火焰光度检测器(硫滤光片)。

3.3.2 组织捣碎机:3 000r/min。

3.3.3 K-D 浓缩器。

3.3.4 微量注射器:10μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取 50.0g 试样于组织捣碎机中,捣碎 5min,加入 40mL 丙酮(3.2.2)进行匀浆。匀浆液抽滤。滤渣用 20mL 丙酮(3.2.2)洗涤,合并洗涤液到提取液中。

3.4.2 净化

将提取液转入 500mL 分液漏斗中,加入硫酸钠水溶液(3.2.4)50mL,摇匀。用 50,30,25mL 二氯甲烷(3.2.1)萃取 3 次,每次振摇 10min。合并二氯甲烷萃取液于 K-D 浓缩器中浓缩,定容至 1.0mL 供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件(可根据所用仪器另行优选)

a. 色谱柱:玻璃柱 1m×3mm(内径),填充物为涂有 1.7%(*m*/*m*)OV-17 的 Gaschrom Q(80～100 目);

b. 柱温:120℃;

c. 进样口温度:250℃;

d. 检测器温度:250℃;

e. 载气:高纯氮,纯度>99.99%,20mL/min;

f. 氢气:30mL/min;

g. 空气:60mL/min。

3.4.3.2 色谱测定

用微量注射器(3.3.4)准确吸取适量(1～5μL)净化后的样液注入气相色谱仪,并测量峰高,然后取与样液浓度最接近的标准工作溶液与样液,同时进行气相色谱测定。

3.4.4 空白试验

按上述的操作步骤进行试剂空白试验。

3.4.5 结果计算

用色谱数据处理机或按下式计算,求出含量。

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

式中:X——甲基托布津残留量,mg/kg;

h——样液中甲基托布津峰高,mm;

h'——标准工作溶液中甲基托布津峰高,mm;

c——标准工作溶液浓度,μg/mL;

m——所取试样量,g;

V——样液定容体积,mL。

注：若有空白值，计算结果需要将空白值扣除。

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湖南进出口商品检验局、山东进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人聂洪勇、黄志强、刘钢。