SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0156—92

出口水果中抗蚜威残留量检验方法

Method for determination of pirimicarb 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

SN 0156—92

出口水果中抗蚜威残留量检验方法

代替 ZB B31 010—88

Method for determination of pirimicarb residue in fruit for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口柑桔中抗蚜威残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口柑桔中抗蚜威残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 1 500 箱为一检验批。同一检验批内商品应具有同一的特征，例如产地、包装、标记、等级、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
251～1 500	15

2.3 抽样工具和方法

抽样必须按产地、分批次、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 2kg。

2.4 实验室样品和试样的制备

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，密封，作为试样，并填写标签，注明品名、日期、产地、垛位、报验号、申请单位、抽样人等。

2.5 样品保存

试样制备后，不是当日检验，应在－18℃冷冻保存。

注：在抽样和制样操作中，必须防止不使样品受到污染或发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

本方法采用丙酮提取，凝聚法净化消除植物色素及其他干扰杂质。用气相色谱-氮磷检测器直接测定。

3.2 试剂和材料

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

3.2.1 丙酮：分析纯，重蒸馏。

3.2.2 三氯甲烷：分析纯，重蒸馏。

3.2.3 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧 4h，贮于密闭瓶中备用。

3.2.4 凝聚液（磷酸-氯化铵水溶液）：称取 2.5g 氯化铵于 400mL 含 5mL 磷酸的水中。

3.2.5 饱和碳酸钠水溶液。

3.2.6 农药标准品：抗蚜威、叶蝉散（内标物），纯度 99.5%。

3.2.7 抗蚜威标准溶液：准确称取适量的抗蚜威标准品（3.2.6），用丙酮配成浓度为 0.10mg/mL 的标准储备溶液。根据需要再配成适当浓度的标准工作溶液。

3.2.8 叶蝉散内标溶液：准确称取适量的叶蝉散标准品（3.2.6），用丙酮配成浓度为 0.10mg/mL 的内标储备溶液。根据需要再配成适当浓度的内标工作溶液。

3.2.9 混合标准工作溶液：取适量农药标准工作溶液和内标储备溶液配成混合标准工作溶液。

3.2.10 无水硫酸钠柱：用约 8cm×2cm（内径）筒形漏斗，底部塞以玻璃毛，内加约 4cm 高无水硫酸钠（3.2.3）。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪配备氮磷检测器。

3.3.2 电动振荡器。

3.3.3 旋转蒸发器。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取 10.0g 试样于塞有少量玻璃棉的小漏斗内，先将试样中的水过滤到 100mL 烧杯中（保留）。再将残渣和玻璃棉一起移入 150mL 锥形瓶内，用少量丙酮洗涤小漏斗并转入锥形瓶内，加 15mL 丙酮，加塞后在振荡器上振荡 30min（注意放气）。用布氏漏斗减压过滤。残渣再用 15mL 丙酮振荡提取 15min。减压过滤，合并两次丙酮滤液于旋转蒸发器中，在 40℃水浴中浓缩至 2～3mL，然后转入盛有试样水的烧杯内。用 1～2mL 丙酮洗涤蒸发瓶，合并丙酮液（注意应控制丙酮总量为 5mL）。

3.4.2 净化

向浓缩液中加入 50mL 凝聚液，混匀。放置 30min 后用有滤纸的漏斗过滤到 250mL 分液漏斗内。用少量凝聚液洗涤烧杯，一起滤入分液漏斗内。弃去残渣，滴加碳酸钠饱和水溶液中和。立即加 20mL 三氯甲烷，剧烈振荡约 0.5min，静置至分层。将有机层通过无水硫酸钠柱至蒸发瓶中，水溶液再用 20mL 三氯甲烷按上述操作重复提取一次，合并提取液于蒸发瓶中，在 70℃水浴中浓缩至 1～3mL，移浓缩液于有塞试管中，用氮气在 40℃水浴上将溶剂吹干。残渣用 1.0mL 丙酮溶解，再加入 1.0mL 内标标准工作溶液，混匀，供气相色谱测定用。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃柱 2m×2mm（内径），填充物为 3%（m/m）OV-101 涂于 Chromosorb W HP（80～100 目）；

b. 柱温：180℃；

c. 进样口温度：250℃；

d. 检测器温度：300℃；

e. 载气：高纯氮，纯度＞99.99%，50mL/min；

f. 氢气：4mL/min；

g. 空气：50mL/min。

3.4.3.2 色谱测定

用微量注射器准确吸取适量的净化后的样液，注入气相色谱仪内，并测定其峰值。用相应的工作曲

线估计样液中农药的大约浓度。然后取与样液中浓度最接近的混合标准工作溶液与样液同时进行色谱测定。

抗蚜威的保留时间约为 5.22min，内标物保留时间约为 2.10min。

3.4.4 空白试验

按上述测定步骤进行试剂空白试验。

3.4.5 结果计算

用色谱数据处理机计算农药残留量，也可按下式计算：

$$x = \frac{h}{h'} \times \frac{h'_i}{h_i} \times \frac{c'}{c} \times \frac{c_i}{c_i'}$$

式中：x——抗蚜威残留量，mg/kg；

h——样液中农药峰高，mm；

h'——混合农药标准工作溶液中农药峰高，mm；

h_i——样液中内标物峰高，mm；

h'_i——混合农药标准工作溶液中内标物峰高，mm；

c——样液浓度，g/μL；

c'——混合农药标准工作溶液中农药浓度，μg/μL；

c_i'——混合农药标准工作溶液中内标物浓度，μg/μL；

c_i——样液中内标物浓度，μg/μL。

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北进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人田慧明、卢康全。