

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口柑桔中甲基嘧啶磷残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口柑桔类水果中甲基嘧啶磷残留量的检验。

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

| 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，去皮去籽，取可食部分，经组织捣碎机捣碎均化后分成两份，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、抽样人等。

注：在抽样和制样的操作中，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

以混合有机溶剂提取柑桔中甲基嘧啶磷残留，用气相色谱仪、氮磷检测器检测。

3.2 试剂和材料

3.2.1 丙酮：分析纯，重蒸馏。

3.2.2 正己烷：分析纯，重蒸馏。

3.2.3 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h后，置于干燥器中备用。

3.2.4 丙酮—正己烷混合溶液 (2+8)。

3.2.5 农药标准品：甲基嘧啶磷，纯度大于99%。

3.2.6 标准溶液的配制：准确称取适量的甲基嘧啶磷标准品 (3.2.5)，用正己烷配成浓度为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 气相色谱仪并配有氮磷检测器。

3.3.2 高速组织捣碎机。

3.3.3 分液漏斗。

3.3.4 筒形漏斗。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样50.0g于捣碎机中，加入200mL丙酮—正己烷混合溶液，高速捣碎数分钟后，静置30min。吸取上层清液50.0mL于分液漏斗中。

3.4.2 净化

在上述分液漏斗中，加入50mL蒸馏水，振摇1min，静置分层后弃去下层水溶液 (包括一些界面处的乳化液)。正己烷层通过盛有5cm高无水硫酸钠的筒形漏斗脱水。用正己烷定容至50mL。

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1.5% (m／m)SE、30涂于GasChromQ (80～1.00筛目)；

b. 柱温：230℃；

c. 进样口温度：250℃；

d. 检测器温度：250℃；

e. 载气：高纯氮，纯度>99.99% ，55mL／min；

f. 空气：调节使响应达到最佳值；

g. 氢气：调节使响应达到最佳值。

3.4.4 色谱测定

准确取适量的上述净化液进行色谱测定，同时选择与样液中含量相近的标准工作溶液进行色谱测定。

甲基嘧啶磷的保留时间约为1.6min。

采用的标准工作溶液与样液中甲基嘧啶磷的响应值均应在仪器检测线性范围内，样液测定过程中要穿插注入标准工作溶液以检查检测器灵敏度。

3.4.5 空白试验

试剂空白试验按上述有关步骤进行。

3.4.6 结果计算

用色谱数据处理机按适当程序计算甲基嘧啶磷残留量，也可按下列公式计算：

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

式中：x—甲基嘧啶磷残留量，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—标准工作溶液浓度，μg／mL，

m—提取后试样量，g；

V—样液定容体积，mL。

注：若有空白值，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浙江进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人朱宏、李聪。