

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口苹果中乙硫磷残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口苹果中乙硫磷残留量的检验。也适用于出口柑橘等水果中乙硫磷残留量的检验。

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

从抽取的每件内随机抽样至少500g作为原始样品，原始样品总量不得小于4kg。

2.4 试样制备

取每只苹果的四分之一，去梗去核，切碎，用四分法缩分成1kg，置高速组织捣碎机中捣碎成果酱状，均分成二份，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

试样中的乙硫磷残留量经丙酮提取，利用丙酮与水的互溶性，在提取液中加入硫酸钠水溶液，然后用石油醚反萃取。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 丙酮：分析纯，重蒸馏。

3.2.2 石油醚：分析纯，重蒸馏。

3.2.3 无水硫酸钠：分析纯，650℃烧灼4h后贮于密封瓶中备用。

3.2.4 硫酸钠溶液 (20g／L)：称取2g无水硫酸钠 (3.2.3)溶于100g水中。

3.2.5 农药标准品：乙硫磷，纯度大于99%。

3.2.6 乙硫磷标准溶液的配制：准确称取适量乙硫磷 (3.2.5)，用少量苯溶解，然后用石油醚配制成4mg／mL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，配有火焰光度检测器。

3.3.2 微量注射器：1μL，10μL。

3.3.3 旋转蒸发器或K—D浓缩器。

3.3.4 振荡器。

3.3.5 分液漏斗：500mL。

3.3.6具塞锥形瓶：250mL。

3.3.7 无水硫酸钠柱：在一筒形漏斗中加5cm高的无水硫酸钠 (3.2.3)。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取和净化

称取捣碎混匀的试样50.0g于250mL具塞锥形瓶中，加入80mL丙酮，加塞，在振荡器上振荡45min。过滤。分别用15mL丙酮洗涤残渣三次，合并丙酮提取液及洗涤液于500mL分液漏斗中，加入100mL硫酸钠溶液。然后用石油醚提取三次，每次50mL，合并石油醚提取液。将石油醚提取液通过无水硫酸钠柱脱水。用旋转蒸发器于50℃左右的水浴中将提取液浓缩，定容至10mL。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃柱，2m×3mm (内径)，填充物为3% (m／m)SE—30+4% (m／m)QF—1涂于ChromWHP (80~100筛目)上；

b. 色谱柱温度：220℃；

c. 进样口温度：255℃；

d. 检测器温度：255℃；

e. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，30mL／min；

f. 氢气：纯度>99.9%，60mL／min；

g. 空气：100mL／min。

3.4.2.2 色谱测定

用微量注射器准确吸取适量净化后的样液注入气相色谱仪，并测量其峰高，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接近的标准工作溶液与样液同时进行色谱测定。

在上述色谱条件下，乙硫磷的保留时间约为3.0min。

3.4.3 空白试验

按上述有关步骤进行试剂空白试验。

3.4.4 结果计算

用色谱数据处理机按适当程序计算乙硫磷残留量，也可按下式计算：

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

式中：x—乙硫磷残留量，mg／kg；

h—样液中农药峰高，mm；

h' 一标准工作溶液中农药峰高，mm；

c—标准工作溶液农药浓度，μg／mL；

m—试样量，g，

V—样液的定溶体积，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安徽进出口商品检验局、浙江进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人王新、朱梦栩、崔镜、朱宏。