

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口水果中甲霜灵残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口苹果中甲霜灵残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过1 500件为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同的特征，如包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2 抽样数量

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2.2规定的抽样件数随机抽取，逐件开启。每件至少取500g作为原始样品，原始样品总量不得少于2kg。加封后，标明标记，及时送实验室。

2.4 试样制备

将所取原始样品缩分出1 kg，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，作为试样。密封，并标明标记。

2.5 试样保存

将试样于-18℃以下冷冻保存。

注：在抽样和制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

试样经丙酮、乙酸乙酯提取，提取液用水洗涤。脱水定容后，用配有氮磷检测器的气相色谱仪测定，外标法定量。

3.2试剂和材料

3.2.1 丙酮：分析纯。

3.2.2 乙酸乙酯：分析纯。

3.2.3 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，储于密闭容器中。

3.2.4 甲霜灵标准品：纯度≥98%。

3.2.5 甲霜灵标准溶液：准确称取适量的甲霜灵标准品，用乙酸乙酯配成浓度为1.000mg／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。

3.3仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配有氮磷检测器。

3.3.2 涡旋混合器。

3.3.3 离心机。

3.3.4 离心管：5mL，具塞。

3.3.5 尖嘴吸管。

3.3.6 微量注射器：5μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取和净化

称取试样约1 g(精确到0.01 g)于5mL离心管中，加2～3滴丙酮和1.0mL乙酸乙酯，置涡旋混合器上混匀1min，2 000r／min离心2min。用尖嘴吸管将乙酸乙酯转入另一洁净的离心管中，再用1.0mL乙酸乙酯提取残渣。合并乙酸乙酯相，用等体积的水洗涤乙酸乙酯相两次，2 000r／min离心2min，弃去水相。用乙酸乙酯定容到2mL，加少量无水硫酸钠脱水后供气相色谱测定。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

a. 色谱柱：石英毛细管柱，HP-Ultra 1 (OV—1)25m×0.32mm(内径)×0.25μm膜厚；

b. 色谱柱温度：60℃(1.5min) $\xrightarrow{40^{\circ}C/min}$ 240℃(10min)；

c. 进样口温度：250℃；

d. 检测器温度：250℃；

e. 氮气：纯度≥99.99%，1 mL／min；

f. 补充气：29mL／min；

g. 氢气：3.5mL／min；

h. 空气：120mL／min；

i. 进样方式：无分流进样。

3.4.2.2 色谱测定

分别准确注入1.0μL样品溶液和标准工作溶液于气相色谱仪中，按3.4.2.1条件进行色谱测定。响应值均应在仪器检测的线性范围之内。甲霜灵的保留时间约为9min。

3.4.3 空白试验

除不加试样外，按上述测定步骤进行。

3.5 结果计算和表述

用数据处理机或按下式计算试样中甲霜灵残留含量：

$$X = \frac{A \cdot c \cdot V}{A_s \cdot m}$$

式中：X—试样中甲霜灵残留量，mg／kg；

A—样液中甲霜灵峰面积，mm²；

A_s—标准工作溶液中甲霜灵峰面积，mm²；

c—标准工作溶液中甲霜灵浓度，μg／mL；

V—最终样液的体积，mL；

m—最终样液所代表的样品重量，g。

注：计算结果需扣除空白值。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法的测定低限为0.5mg／kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：甲霜灵浓度在0.5～5：0mg/kg范围，回收率为80%～105%；

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、郑自强。