

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出 口水果中溴磷酯残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定法。

本标准适用于出口苹果中溴磷酯残留量的检验。

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、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4kg，加封后，标明标记并及时送实验室。

2.4 试样制备

分取出部分有代表性苹果样，每个苹果取四分之一，去梗去核，切碎，用四分法缩分出1kg左右。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，密封并标明标记。

2.5 试样保存

将试样于-18℃冷冻保存。

注：在抽样和制样的操作中，必须防止样品受到污染和发生残留物含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

苹果中残留的溴磷酯(4，4′ 一二溴二苯乙醇酸异丙酯)用丙酮提取，提取液用正己烷萃取，弗罗里硅土柱净化，乙醚—正己烷(7+3)淋洗。净化液用配有电子俘获检测器的气相色谱仪测定，外标法定量。

3.2 试剂和材料

除特殊规定外，试剂均为分析纯，水为蒸馏水或相适应的去离子水。

3.2.1 丙酮：重蒸馏。

3.2.2 正己烷：重蒸后收集68~69℃馏分。

3.2.3 苯：重蒸馏。

3.2.4 乙醚。

3.2.5 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，冷却后，贮于密封瓶中备用。

3.2.6 硫酸钠水溶液，2% (m／m)：称取2g无水硫酸钠，溶于100mL蒸馏水中。

3.2.7 弗罗里硅土(牌号：Fluka)：650℃灼烧4h，贮于密封瓶中，使用前夕在130℃烘5h，贮于干燥器内备用。

3.2.8 溴磷酯标准品：纯度≥99%。

3.2.9 溴磷酯标准溶液：准确称取适量的溴磷酯标准品，用少量苯溶解，然后用正己烷配制成浓度为0.100mg／mL的储备液。根据需要再稀释配制成适用浓度的标准工作液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配备电子俘获检测器。

3.3.2 震荡器。

3.3.3离心管：具塞50mL。

3.3.4 微型层析柱：15cm×0.5cm(内径)，带有10mL贮液斗。

3.3.5 空气(或氮气)流浓缩装置。

3.3.6 全玻璃系统蒸馏装置。

3.3.7 无水硫酸钠柱：6cm×18mm(内径)，内装5cm高无水硫酸钠。

3.3.8 微量注射器：10μL。

3.3.9 脱脂棉：用乙醚—正己烷(7+3)回流2h，取出挥发至干，保存在清洁容器中备用。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取：称取约10g试样(精确至0.1g)于锥形瓶中。加入40mL丙酮，震荡45min，过滤，用丙酮洗涤滤渣，将滤液定容至100mL。

3.4.2 净化：准确吸取10mL提取液，于具塞离心管中，加入20mL 2% 硫酸钠水溶液，用正己烷对丙酮—水溶液相萃取二次(每次10mL)。合并正己烷萃取液，并通过无水硫酸钠柱脱水，浓缩至约1mL。

于微型层析柱的下端填入少量脱脂棉，依次装入0.5cm高无水硫酸钠、1g弗罗里硅土和1cm高无水硫酸钠。用5mL正己烷预淋层析柱，弃去流出液。待液面下降至上层无水硫酸钠层时，将上述浓缩液倒入柱内，并用2mL乙醚—正己烷(7+3)洗涤器皿，倒入柱内，继用乙醚—正己烷(7+3)淋洗层析柱，收集流出液10mL。浓缩以除尽乙醚，再以正己烷定容至10mL，供气相色谱测定。

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3% (m／m)OV—1涂于Gas Chrom Q(80—100目)；

b. 氮气：纯度≥99.99%，30mL／min；

c. 柱温：230℃；

d. 进样口温度：250℃；

e. 检测器温度：270℃。

3.4.3.2 色谱测定

分别将等体积的标准工作液、样液注入气相色谱仪。溴磷酯出峰保留时间约4.5min。

注：实际使用的标准工作液及待测样液中农药的响应值均应在仪器检测的线性范围之内。样液测定过程中要参插注入标准工作液，以便准确定量。

3.4.4 空白试验：除不称取试样外，均按上述测定步骤进行。

3.4.5 结果的计算和表述

用色谱数据处理机或按下式计算：

$$X=\frac{A\cdot c_s}{A_s\cdot c}$$

式中：X—试样中溴磷酯含量，mg／kg；

A—样液中溴磷酯色谱峰面积(或峰高)，mm²(mm)；

A_s—标准工作液中溴磷酯色谱峰面积(或峰高)，mm²(mm)；

c_s—标准工作液中溴磷酯的浓度，μg／mL；

c—最终样液所代表的试样浓度，g／mL。

注：计算结果需将空白值扣除。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法的测定低限为 0.04mg／kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：

溴磷酯浓度在0.0400~1.00mg／kg范围内，回收率为95.3%~109.1%。

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上海进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人陈余英、习娟华。

主要参考文献：

FDA-PESTICIDE ANALYTICAL MANUAL，VOL.I，Table 201—A，1985。