

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口柑桔中甲萘威残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口柑桔中甲萘威残留量的检验。

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，如产地、包装、标记、等级、规格等。

2.2 样本大小

批量，箱	最低抽取数，箱
1～25	1
26～100	5
101～250	10
251～1500	15

2.3抽样工具和方法

取样必须按产地、分批次、等级在不同部位随机取样，每件至少取500g作为原始样品，原始样品总重不得少于2 000g。

2.4 试样的制备

将所取原始样品去皮去籽，取可食部分，缩分出1000g，经组织捣碎机均化后分成二份，装入洁净容器内，密封，置于冰箱中保存，作为实验室样品。实验室样品必须立即密封，并填写标签，注明品名、日期、产地、垛位、报验号、申请单位，取样人。

注：在取样和样品制备的操作中，必须注意不使样品受到污染和发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

用二氯甲烷提取试样中农药残留物，经用磷酸分离干扰物质后，进行液相色谱测定。

3.2 试剂和材料

3.2.1 二氯甲烷：分析纯。

3.2.2 甲醇：紫外光谱纯。

3.2.3 超纯水：用0.2μm滤膜过滤。

3.2.4 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，贮于干燥器中备用。

3.2.5 氯化铵：分析纯。

3.2.6 磷酸：分析纯。

3.2.7 氯化铵—磷酸溶液：称取5g氯化铵于小烧杯内，用蒸馏水溶解并转移至100mL容量瓶中，加入10mL磷酸，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。用二氯甲烷萃取杂质，氯化铵—磷酸溶液贮存试剂瓶内备用。

3.2.8 甲萘威标准品：纯度大于99%。

3.2.9 甲萘威标准贮备溶液(1mg／mL)

准确称取0.0100g甲萘威标准品，放入10mL容量瓶内，以甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，备用。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 液相色谱仪配备紫外检测器和六通阀进样器。

3.3.2 微量注射器。

3.3.3 组织捣碎机。

3.3.4 震荡器。

3.3.5 旋转蒸发器。

3.3.6 具塞磨口锥形瓶：250mL。

3.3.7 分液漏斗：250mL。

3.3.8 有柄平底瓷皿：150mL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取捣碎试样5.0g于有柄平底瓷皿中，加入30g无水硫酸钠，用玻杵进行研磨(如试样脱水不够，可酌情再加入无水硫酸钠)。用玻杵将拌有硫酸钠的柑桔样转入锥形瓶中，用25mL二氯甲烷洗涤瓷皿，转移至上面的锥形瓶内，共进行三次。锥形瓶盖上玻璃塞，放在震荡器上提取30min。将提取液过滤于浓缩瓶中，每次用25mL二氯甲烷洗涤残渣，共洗涤二次。合并二氯甲烷液于浓缩瓶中，用旋转蒸发器在50℃以下的水浴中蒸发至干。

3.4.2 净化

用1.5mL甲醇沿瓶壁加入浓缩瓶中，再加入20mL氯化铵—磷酸溶液，摇匀，静置30min后，过滤于250mL分液漏斗中。浓缩瓶再用20mL氯化铵—磷酸溶液洗涤，共洗涤三次。洗涤液合并于分液漏斗中，依次分别用30，20，10mL二氯甲烷反提取。合并二氯甲烷溶液于浓缩瓶中，用旋转蒸发器在50℃以下水浴中蒸发至干。重复净化一次。在浓缩瓶中，准确加入5mL甲醇，摇匀，供色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱：不锈钢柱，0.46cm×15cm，内装ZorbaxODS；

b. 流动相：甲醇—水(60+40)；

c. 流量：1mL／min；

d. 泵压：12.5mPa；

e. 温度：室温；

f. 检测器：UV，280nm；

g. 六通阀定量管进样：10μL定量管。

3.4.3.2 色谱测定

绘制标准工作曲线：取甲萘威标准贮备溶液1mL，置100mL容量瓶内，用甲醇稀释至刻度，摇匀，浓度为10μg／mL。用移液管吸取0.5，1.0，2.0，3.0，4.0mL分别置于10mL容量瓶内，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用微量注射器分别吸标准工作溶液进行液相色谱分析。按不同甲萘威的量对所得峰面积绘制标准曲线，求得检验浓度的线性范围。

标准工作溶液和试样溶液按上述色谱条件进行分析。

3.5 空白试验

按3.4测定步骤进行试剂空白试验。

3.6 结果计算

用色谱数据处理机或按下式计算农药含量：

甲萘威残留量(mg/kg)= $\frac{h}{h'} \times \frac{c'}{c}$

式中：h—样液的峰高，mm；

h'—标准溶液的峰高，mm；

c'—标准溶液中农药的浓度，μg／μL；

c—样液的浓度，g／μL。

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上海进出口商品检验局、湖北进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人陈家华、朱申生、范崇阳。