

1主题内容与适用范围

本标准规定了出口水果中乙氧喹残留量检验的抽样、制样和液相色谱测定方法。

本标准适用于出口苹果、梨中乙氧喹残留量的检验。

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

以正己烷提取，然后分配到盐酸溶液中。用氢氧化钠溶液调pH为13～14，用正己烷再提取后，液相色谱法测定，外标法定量。

3.2试剂和材料

3.2.1正己烷：分析纯。

3.2.2三氯甲烷：分析纯。

3.2.3盐酸溶液：0.1 mol／L，用分析纯试剂配制。

3.2.4氢氧化钠溶液：4mol／L，用分析纯试剂配制。

3.2.5碳酸钠溶液：100g／L，用分析纯试剂配制。

3.2.6乙氧喹标准品：纯度≥99%。

3.2.7乙氧喹标准溶液：准确称取适量的乙氧喹标准品，用正己烷配成浓度为1.00mg／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液相色谱仪：配有紫外检测器。

3.3.2锥形瓶：250mL，具磨口塞。

3.3.3振荡器。

3.3.4分液漏斗：150mL。

3.3.5移液管：50mL，25mL，5mL。

3.3.6微量注射器：50 μL。

3.4测定步骤

3.4.1提取与净化

称取试样约20g (精确到0.1g)于锥形瓶内，准确加入50mL正己烷和5mL碳酸钠溶液 (100g／L)，振荡提取20min，过滤。准确吸取25mL正己烷提取液于分液漏斗中，分别用10mL、5mL、5mL盐酸溶液 (0.1mol/L)提取3次。合并盐酸提取液于另一个分液漏斗中，用氢氧化钠溶液 (4mol／L)调至碱性 (pH3～14)。准确加入5mL正己烷，振摇3min，静置分层。分出己烷层，过0.45 μm滤膜，供测定。

3.4.2测定

3.4.2.1色谱条件

a. 色谱柱：Hypersil NH₂ (5 μm)或相当的色谱柱，100mm×2.1 mm (id)；

b. 检测器：紫外检测器，测定波长230nm；

c. 流动相：三氯甲烷-正己烷 (8+92)；

d. 流速：0.4mL／min；

e. 定量管：10 μL；

f. 色谱柱温度：室温。

3.4.2.2色谱测定

根据样液中乙氧喹含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中乙氧喹响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作溶液和样液等体积参插进样测定。在上述色谱条件下，乙氧喹保留时间约为3.6min。

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

用色谱数据处理机或按下式计算试样中乙氧喹残留量：

$$X=\frac{h\cdot c\cdot V}{h_s\cdot m}$$

式中：X-试样中乙氧喹残留量，μg／g；

h-样液中乙氧喹的峰高，mm；

h_s-标准工作溶液中乙氧喹的峰高，mm；

c-标准工作溶液中乙氧喹的浓度，μg／mL；

V-样液最终定容体积，mL；

m-最终样液所相当的试样量，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

本方法测定低限为0.3mg／kg。

4.2回收率

回收率的实验数据：乙氧喹浓度在0.3～3.0mg／kg范围，回收率为87.8%～96.8%。

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江苏进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人陈惠兰、马玉筌。