

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口水果和蔬菜中克百威残留量的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口柑桔、荷兰豆中克百威残留量的检验。

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1kg，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

用盐酸溶液提取试样中克百威，用苯反提取，离心、脱水、浓缩、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 苯：分析纯，用玻璃器皿重蒸馏，取80～81℃馏分。

3.2.2 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，冷却后贮于密闭容器中。

3.2.3 盐酸：分析纯，1mol/L。

3.2.4 克百威标准品：纯度≥99.8%。

3.2.5 克百威标准溶液：准确称取适量的克百威标准品，用苯配成浓度为1.00mg/mL的标准贮备溶液，根据需要用苯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 梨形瓶：具磨口塞，50mL。

3.3.3 离心管：具磨口塞，50mL。

3.3.4 涡流振荡器。

3.3.5 旋转蒸发器。

3.3.6 离心机。

3.3.7 高速组织捣碎机。

3.3.8 微量注射器：10 μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样5.0g(精确到0.1g)置于50mL离心管内，加10mL盐酸溶液(1mol/L)，用涡流振荡器振荡5min后，加5mL苯，振荡3min。以3 000r/min离心5min，移上层提取液。再按上述步骤分别用5mL苯提取2次。合并苯提取液，经无水硫酸钠脱水，收集于梨形瓶内。在60℃水浴中减压旋转浓缩至约1 mL，用苯冲洗瓶壁后定容至2mL，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，5m×0.53mm(内径)，HP-1，2.65 μm(膜厚)；
- b. 色谱柱温度：160℃；
- c. 进样口温度：200 ℃；
- d. 检测器温度250℃；
- e. 氮气：纯度≥99.99%，10mL/min；
- f. 氢气：3.0mL/min；
- g. 空气：70mL/min。

3.4.2.2 色谱测定

根据样液中克百威含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中克百威的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，克百威保留时间约为1.5min。

3.4.3 空白试验

除不加试样外，按上述操作步骤进行。

3.4.4 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按下列公式计算试样中克百威含量：

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

式中：X—试样中克百威含量，mg/kg；

h—样液中克百威的峰高，mm；

h_s—标准工作液中克百威的峰高，mm；

c—标准工作液中克百威的浓度，μg/mL

V—样液最终定容体积，mL；

m—称取的试样量，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

本方法的测定低限为0.02mg/kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：克百威添加浓度在0.02～5.0mg/kg范围内，回收率为91.5%～97.9%。

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。

本标准由中国进出口商品检验技术研究所、中华人民共和国厦门进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人王超、周昱、庄无忌、庄宿燕。