出口水果中乙氧三甲喹啉残留量检验方法

Method for the determination of ethoxyquin residues in fruits for export

SN 0533—1 996

前言

本标准是根据GB／T1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》及SN／T 0001—1995《出口商品中农药、兽药残留量及生物毒素检验方法标准编写的基本规定》的要求进行编写的。其中测定方法采用了美国食品药物管理局农药残留量分析手册（FDA，“Festicide Analytical Manual”，VolumeⅡ，Sec.180.178）中乙氧三甲喹啉残留量分析方法。技术内容与原方法相同，经验证后，按规定格式要求作了编辑性修改。在标准中同时制定了抽样和制样方法。

测定低限是根据国际上对水果中乙氧三甲喹啉的最高残留限量和测定方法的灵敏度而制定的。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国浙江进出口商品检验局。

本标准主要起草人：郑自强、唐红芳、朱晓雨。

本标准为首次发布的行业标准。

1 范围

本标准规定了出口水果中乙氧三甲喹啉残留量检验的抽样、制样和荧光分光光度测定方法。

本标准适用于出口苹果中乙氧三甲喹啉残留量的检验。

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

试样经异辛烷提取、净化，用荧光分光光度计测定氧化处理前后的样液荧光值，标准曲线法定量。

3.2试剂和材料

除另有规定外，试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

3.2.1 异辛烷。

3.2.2 碳酸钠溶液：10％水溶液（m／V）。

3.2.3 氢氧化钾溶液：50％水溶液（m／V）。

3.2.4 盐酸溶液：0.5mol／L。

3.2.5 高锰酸钾溶液：0.04％水溶液（m／V）。

3.2.6 乙氧三甲喹啉标准品：已知纯度，例如93.8％。

3.2.7 乙氧三甲喹啉标准溶液：准确称取适量的乙氧三甲喹啉标准品，用异辛烷配成浓度为0.100mg／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 荧光分光光度计，配有10mm石英池。

3.3.2组织捣碎机。

3.3.3 分液漏斗：125mL。

3.3.4 容量瓶：100mL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取和净化

称取试样约12g（精确到0.01g）于组织捣碎机内，加5mL碳酸钠溶液（10％）和200mL异辛烷，充分掺合匀浆，过滤。取50mL滤液于分液漏斗内，用3×25mL盐酸溶液（0.5mol／L）提取。合并酸性提取液，用氢氧化钾溶液（50％）中和，并过量几滴。用3×25mL异辛烷提取，合并提取液。用25mL蒸馏水洗涤，将经水洗过的异辛烷提取液置于100mL容量瓶内，加异辛烷至刻度，供荧光测定。

3.4.2 测定

3.4.2.1 荧光条件

a. 激发波长：370nm；

b. 发射波长：415nm。

3.4.2.2 标准曲线的绘制

在4个50mL的容量瓶中，分别加入0.5，2.0，6.0和10.0mL标准工作溶液（0.5μg／mL），用异辛烷稀释定容。此溶液需当天配制。依次测定每个溶液的荧光强度，把刚读过数值的25mL异辛烷溶液与15mL高锰酸钾溶液（0.04％）一起振摇。分层后，同前，读取经氧化处理后的异辛烷溶液的荧光强度。并从第一次读取的数值中减去第二次读取的数值，便得“净”读数，即乙氧三甲喹啉的荧光强度。以荧光强度与对应的乙氧三甲喹啉浓度（μg／mL）绘制标准曲线。

3.4.2.3 样液测定

根据样液中乙氧三甲喹啉含量，在仪器检测的线性范围内，按3.4.2.2测定步骤测定样液中乙氧三甲喹啉的荧光强度。由标准曲线求得样液中乙氧三甲喹啉的浓度（μg／mL）。

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

按式（1）计算试样中乙氧三甲喹啉残留含量：

$$X=\frac{c\bullet V}{m} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(1)$$

式中：X—试样中乙氧三甲喹啉残留量，mg／kg；

c—从标准曲线上求得的样液中乙氧三甲喹啉浓度μg／mL；

V—最终样液的体积，mL；

m—最终样液所代表的试样量，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0.3mg／kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：

乙氧三甲喹啉的添加浓度在0.3mg／kg时，回收率为92.9％；

乙氧三甲喹啉的添加浓度在1.0mg／kg时，回收率为91.1％；

乙氧三甲喹啉的添加浓度在3.0mg／kg时，回收率为91.5％。