

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0338—95

出口水果中敌菌丹残留量检验方法

Method for the determination of captafol
residues in fruits for export

1995-05-29 发布

1995-11-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口水果中敌菌丹残留量检验方法

SN 0338—95

Method for the determination of captafol
residues in fruits for export

1 主题内容和适用范围

本标准规定了出口水果中敌菌丹残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。
本标准适用于出口苹果、菠萝中敌菌丹残留量的检验。

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
251~1 500	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 500 g 作为原始样品,原始样品总量不得少于 2 kg。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

以丙酮提取,再用石油醚抽提丙酮-水溶液,提取液经脱水、浓缩、定容后,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

3.2.1 石油醚:分析纯,重蒸馏,收集 65~75℃馏分。

3.2.2 丙酮:分析纯,重蒸馏。

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1995-05-29 批准

1995-11-01 实施

3.2.3 无水硫酸钠:分析纯,650℃灼烧4 h,冷却后贮于密闭容器中。

3.2.4 敌菌丹标准品:纯度≥95%。

3.2.5 敌菌丹标准溶液:准确称取适量的敌菌丹标准品,用适量的丙酮预溶,再用石油醚配成浓度为1.000 mg/mL的标准贮备溶液,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 气相色谱仪并配有电子俘获检测器。

3.3.2 多功能微量样品处理仪,或相当者。

3.3.3 旋涡振荡器。

3.3.4 离心机。

3.3.5 全玻璃系统蒸馏装置。

3.3.6 离心管:具磨口塞,10 mL,25 mL。

3.3.7 无水硫酸钠柱:筒形漏斗,3 cm(内径),内装2 cm高的无水硫酸钠。

3.3.8 精密可调体积移液管:5 000 μL。

3.3.9 微量注射器:10 μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样约2.0 g(精确到0.1 g)于10 mL离心管中,加3 mL丙酮,振荡2 min,离心(3 000 r/min)1 min,吸出上层清液,置于25 mL离心管中。再用2 mL丙酮重复提取一次,合并提取液。往提取液中加入10 mL蒸馏水,每次用3 mL石油醚萃取三次,合并萃取液。用4 mL蒸馏水洗涤二次,弃去水相。石油醚相经无水硫酸钠柱脱水,并用少量石油醚洗涤无水硫酸钠柱,流出液收集于25 mL离心管内,于50℃用空气吹干,用石油醚定容为1.0 mL,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 SE-30,25 m×0.53 mm(内径);
- b. 色谱柱温度:185℃;
- c. 进样口温度:240℃;
- d. 检测器温度:280℃;
- e. 氮气:纯度≥99.99%,10 mL/min。

3.4.2.2 色谱测定

根据样液中敌菌丹含量情况,选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中敌菌丹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,敌菌丹保留时间约为8.2 min。

3.4.3 空白试验

除不加试样外,按上述测定步骤进行。

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:

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

式中: X——试样中敌菌丹残留量,mg/kg;

h——样液中敌菌丹的峰高,mm;

h_s ——标准工作溶液中敌菌丹的峰高,mm;

c——标准工作溶液中敌菌丹的浓度,μg/mL;