

# SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0160—92

---

## 出口水果中硫丹残留量检验方法

**Method for determination of endosulfan  
residue in fruit for export**

1992-12-25 发布

1993-05-01 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

## 出口水果中硫丹残留量检验方法

SN 0160—92

Method for determination of endosulfan  
residue in fruit for export

代替 ZB B31 014—88

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口柑橘中硫丹残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口柑橘中硫丹残留量的检验。

### 2 抽样和制样

#### 2.1 检验批

抽样以检验批为单位,每检验批不得超过1500件。同一检验批应具有同一包装、标记、产地、规格、等级等。

#### 2.2 样本大小

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

#### 2.3 试样的制备

抽样必须按产地、分批次、论等级在不同部位随机取样,每件至少抽取500g作为原始样品,原始样品总量不得少于2000g。

将所取的原始样品缩分出1000g,作为实验室样品,去皮去籽,取可食部分,经捣碎机捣碎后均分成两份,装入洁净容器内密封,作为试样,并贴上标签,注明品名、日期、产地、垛位、报验号、申请单位、抽样人。

注:在抽样和制样的操作中,必须防止样品受到污染和发生任何变化。

### 3 测定方法

#### 3.1 方法提要

用丙酮提取试样中的硫丹,提取液用石油醚萃取,过佛罗里硅土柱净化,然后用石油醚-乙醚混合液淋洗,洗脱液用带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 丙酮:分析纯,重蒸馏。

3.2.2 石油醚:于全玻璃系统重蒸馏,收集 65~75℃馏分。取 300mL 在旋转蒸发器中浓缩至 5mL,在与测定方法相同的色谱条件下,取 5 $\mu$ L 进行测定,不得有干扰被测物的杂峰。

3.2.3 乙醚:全玻璃系统重蒸馏,收集 32~34℃馏分,干扰物检查同石油醚。

3.2.4 蒸馏水:取 100mL 蒸馏水用 10mL 石油醚提取。在与测定方法相同条件下,取 5 $\mu$ L 提取液进行色谱测定,应无石油醚以外的杂峰。

3.2.5 无水硫酸钠:分析纯。650℃灼烧 4h,贮于干燥器备用。使用前应于 130℃烘干 5h。

3.2.6 氯化钠水溶液(50g/L):将 50g 分析纯氯化钠用蒸馏水(3.2.4)溶解,稀释到 1L。

3.2.7 弗罗里硅土(60~80 目):650℃灼烧 4h,贮于干燥器中备用。使用前应于 130℃干燥 5h。

3.2.8 石油醚-乙醚混合液(4+1):将 400mL 石油醚(3.2.2)与 100mL 乙醚(3.2.3)混合均匀。

3.2.9 硫丹标准品:硫丹纯度大于 99%。

3.2.10 硫丹标准溶液的配制:准确称取适量硫丹标准品(精确至 0.000 2g),用石油醚溶解,并稀释至浓度为 1.0mg/mL 的标准贮备溶液。根据需要再配制成适用的标准工作溶液。

### 3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪,并配备电子俘获检测器。

3.3.2 组织捣碎机:3 000r/min。

3.3.3 旋转蒸发器。

3.3.4 层析柱:30cm $\times$ 1.5cm(内径),具活塞及砂芯板。

3.3.5 分液漏斗:500mL。

3.3.6 容量瓶:200mL。

3.3.7 无水硫酸钠柱:10cm $\times$ 2cm 筒形漏斗,内装约 3~4cm 高的无水硫酸钠(3.2.5)。

### 3.4 测定步骤

#### 3.4.1 提取

称取试样 100.0g 于组织捣碎机(3.3.2)内,加入 200mL 丙酮(3.2.1),均浆 2min,然后抽滤。用少量丙酮洗涤捣碎机缸及残渣数次。将油滤液和洗涤液合并,用丙酮定容至 250mL。

从上述溶液中移取 50mL 于 500mL 分液漏斗中,加入氯化钠水溶液(3.2.7)100mL,加石油醚(3.2.2)萃取二次(每次 30mL),合并二次萃取液,通过无水硫酸钠柱(3.3.7)。将过柱后的溶液用旋转蒸发器浓缩至 1~3mL(浓缩时加热不得超过 45℃)。

#### 3.4.2 净化

于层析柱(3.3.4)内加 1cm 高的无水硫酸钠(3.2.5),在其上加 10g 弗罗里硅土(3.2.7),再加无水硫酸钠(3.2.5)约 2cm 高,将柱敲实。用 50mL 石油醚(3.2.2)预淋层析柱。待柱内液面下降至上部无水硫酸钠层时,将浓缩液移入柱内,以 5mL/min 的流速过柱。用二份 10mL 石油醚(3.2.2)淋洗容器,将淋洗液移入柱内,再用少量石油醚(3.2.2)淋洗管壁数次,用石油醚-乙醚混合液(3.2.8)以 5mL/min 的流速洗脱收集至 20mL 为净化样液,供气相色谱测定。

#### 3.4.3 测定

##### 3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱:2m $\times$ 3mm(内径)。柱 1:填充物为涂有 3%(m/m)QF-1 的 Chromosorb W AWO(80~100 目)。或柱 2:填充物为涂有 6.4%(m/m)OV-17+1.6%(m/m)QF-1 的 Chromosorb W AWO(80~100 目);

b. 柱温:195℃;

c. 进样口温度:220℃;

d. 检测器温度:250℃;

e. 载气:高纯氮,纯度>99.99%,60mL/min。

##### 3.4.3.2 色谱测定

准确地吸取适量净化液进行浓缩或稀释后定容,用 $10\mu\text{L}$ 微量注射器吸取 $3\sim 8\mu\text{L}$ 进行色谱测定,同时选择与样液中硫丹含量相近的标准工作溶液进行色谱测定。

注:实际使用的标准工作溶液及样液,响应值均应在仪器检测器检测的线性范围内。

#### 3.4.4 空白试验

按上述步骤进行试剂空白试验。

#### 3.4.5 结果计算

使用色谱数据处理机或按下式计算:

$$X = \frac{h \times c' \times V'}{h' \times c \times V}$$

式中:  $X$ ——硫丹残留量,  $\text{mg}/\text{kg}$ ;

$h$ ——样液中硫丹峰高,  $\text{mm}$ ;

$h'$ ——标准工作溶液中硫丹峰高,  $\text{mm}$ ;

$c$ ——样液浓度,  $\text{g}/\mu\text{L}$ ;

$c'$ ——标准溶液中硫丹浓度,  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ;

$V$ ——样液进样体积,  $\mu\text{L}$ ;

$V'$ ——标准工作溶液体积,  $\mu\text{L}$ 。

#### 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福建进出口商品检验局、山东进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人林碧珍、宋培荣、刘钢。