

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口大米中二嗪磷、倍硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、稻丰散、苯硫磷残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口大米中二嗪磷、倍硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、稻丰散、苯硫磷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过4 000件为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同的包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2 样本大小

1 000件及以下取100件；

1 001～2 000件取130件；

2 001～3 000件取150件；

3 001～4 000件取160件。

2.3 抽样工具和方法

从堆垛不同部位按2.2规定的数量抽取包件。用取样器由袋口(或袋底)依斜对角方向插入袋内抽取等量样品，各袋内抽取的样品经混合后即为原料样品。原始样品的总重量不得少于4kg。

2.4 实验室样品和试样的制备

将取回的原始样品全部磨碎，或通过分样器缩取部分磨碎，全部通过20筛目，用四分法缩分出均匀样品二份(每份250g)，试样供检验和复验用，试样必须立即密封并填写标签，注明品名、日期、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

用丙酮提取残留农药。加入硫酸钠水溶液，用石油醚萃取。气相色谱法(火焰光度检测器)测定。

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。

3.2.3 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，贮于密封瓶中备用。

3.2.4 硫酸钠水溶液(20g/L)：将2g灼烧过的无水硫酸钠溶于100mL蒸馏水中。

3.2.5 内标物标准品：内吸磷、乙硫磷纯度>98%。

3.2.6 农药标准品：二嗪磷、倍硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、稻丰散、苯硫磷纯度>98%。

3.2.7 内标物标准溶液及农药标准溶液的配制：准确称取适当的农药标准品和内标物标准品，用少量苯溶解，然后用石油醚分别配制成浓度为0.100mg/mL的标准储备溶液，根据需要再配制成适用浓度的含内标物混合标准工作溶液。

注：如果试样中存在内吸磷、乙硫磷，可选择其他适当内标物。

3.3仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配备火焰光度检测器。

3.3.2 分液漏斗，250mL、500mL。

3.3.3 振荡器。

3.3.4 旋转蒸发器。

3.3.5 气流吹蒸浓缩装置。

3.3.6 容量瓶：50mL。

3.3.7 无水硫酸钠柱：筒形漏斗，内装5cm高的无水硫酸钠。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样20.0g于锥形瓶内，加丙酮40mL振荡45min。

3.4.2 净化

将提取液过滤于250mL分液漏斗内，用15mL丙酮分数次洗涤残渣，并用40mL石油醚从残渣上滤下，弃去残渣。加150mL硫酸钠水溶液(3.2.4)于分液漏斗内，猛烈振荡1min，静置分层，分出石油醚层。在丙酮水溶液中再加30mL石油醚萃取，合并石油醚层，并通过5cm高的无水硫酸钠小柱脱水，然后，浓缩定容50mL，供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

柱I：

a. 玻璃色谱柱I：2m×3mm(内径)，色谱柱填充物为4% SE—30+6% OV—210混合液涂于Gas ChromQ(80～100筛目)；

b. 柱温：200℃；

c. 进样口温度：220℃；

d. 检测器温度：220℃；

e. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，50mL/min；

f. 氢气：150mL/min；

g. 空气：100mL/min。

柱II：

a. 玻璃色谱柱II：2m×3mm(内径)，色谱柱填充物为1.5% SE—30涂于GasChromQ(80～100 筛目)；

b. 柱温：210℃；

c. 进样口温度：220℃；

d. 检测器温度：220℃；

e. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，72mL/min；

f. 氢气：150mL/min；

g. 空气：100mL/min。

3.4.3.2 色谱测定

准确地取适量上述净化液进行浓缩或稀释，定量加入内标物标准溶液后定容，作为色谱测定的样液。另选择与样液中农药(浓度)相近的含内标物的混合标准工作溶液与样液同时进行色谱测定。样液和混合农药标准工作溶液中内标物的浓度应一致。农药和内标物的响应值应尽量接近。

注：①各农药组分出峰顺序及保留时间为：

柱I：二嗪磷(3.29min)；

内吸磷(4.03min)；

倍硫磷(8.49min)；

杀螟硫磷(10.11 min)；

对硫磷(11.21min)；

稻丰散(12.43min)。

柱II：乙硫磷(4.01 min)；

苯硫磷(6.44min)。

②实际使用的标准工作溶液及样液中各农药组分的响应值均应在仪器检测的线性范围之内。样液测定过程中

要参插注入标准工作溶液以检查检测器的灵敏度。

3.4.4 空白试验：按上述操作条件进行试剂空白试验。

3.5 结果计算

用色谱数据处理机按适当程序计算各种农药残留量。也可按下列分工分别计算。

$$\text{农药残留量}(mg/kg)=\frac{H}{H'}\times\frac{c'}{c}\times\frac{H_i'}{H_i}\times\frac{c_i}{c_i'}$$

式中：H—样液中农药峰高，mm；

H'—标准工作溶液中农药峰高，mm；

H<sub>i</sub>—样液中内标物峰高，mm；

H<sub>i</sub>'—标准工作溶液中内标物峰高，mm；

c—样液浓度，g/μL；

c'—标准工作溶液中农药浓度，μg/μL；

c<sub>i</sub>—样液中内标物浓度，μg/μL；

c<sub>i</sub>'—标准工作溶液中内标物浓度，μg/μL。

注：计算结果需将空白值扣除。

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上海、黑龙江、吉林进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人陈余英、习娟华、吴子良、鲍清泰、许晓村。