

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口玉米中甲萘威、克百威残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口玉米中甲萘威、克百威残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

产地以不超过200t为一检验批。口岸装船前以不超过500t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

2.2.1 袋装

50件及以下抽取5件；

51～100件抽取10件；

101～500件抽取42件；

501～1 000件抽取72件；

1 000件以上每增50件增抽1件，不足50件按50件计。

2.2.2 散装

按粮堆面积分区设点，以50m²为一个抽样区，每区设中心及四角(距边缘1 m处)五个点，每增加一个抽样区，增加三个点。

2.3 抽样工具和方法

2.3.1 抽样工具

1 m或2m长的双套管取样器。

2.3.2 抽样方法

2.3.2.1 袋装

从堆垛的各部位按2.2.1抽取应取件数，抽袋的点要分布均匀。每袋用取样器从袋口一角向对角插入袋内抽取100～200g样品。将抽取的全部样品混合后，用分样器或四分法缩分出不少于2kg的代表性样品，装入清洁容器中。填写样品标签，注明品名、日期、报验号、申请单位、取样人等，送交实验室。

2.3.2.2 散装

按2.2.2设定取样点，逐点抽取100～200g样品。以下按2.3.2.1项内容进行操作。

2.3.3 实验室样品和试样的制备

用分样器将收到的实验室样品(约2kg)混合均匀，分出二份，一份作为存查样品，另一份继续缩分，分出100g试样，用磨粉机粉碎，通过20筛目，混匀，装入广口瓶中，在试样标签上填写品名、报验号、申请单位、取样人、日期等，保存在0℃条件下，待测。

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

试样用乙酸乙酯提取，提取液经浓缩净化、定容后，用液相色谱仪紫外检测器测定，外标法定量。

3.2 试剂和材料，

3.2.1 甲醇：紫外光学纯。

3.2.2 乙酸乙酯：分析纯。

3.2.3 蒸馏水：重蒸馏。

3.2.4 甲萘威标准品：纯度99%以上。

3.2.5 克百威标准品：纯度99%以上。

3.2.6 标准溶液：准确称取含量为99%的甲萘威标准品(3.2.4)和克百威标准品(3.2.5)。用甲醇配制成甲萘威浓度为0.010ng/μL、克百威浓度为0.500ng/μL的混合标准溶液，根据需要配制成适宜浓度的标准工作溶液。

3.3仪器和设备

3.3.1 高压液相色谱仪并配有紫外检测器481型。

3.3.2 硅胶预处理柱

a. SEP—PAK硅胶柱，Waters公司产品或相当的。

b. 硅胶预处理小柱，天津试剂二厂产品或相当的。

3.3.3 微量注射器：10μL、25μL。

3.3.4 旋转蒸发器，蒸发瓶250mL。

3.3.5 离心机

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取30.0g试样，放入具塞锥形瓶中，加100mL乙酸乙酯(3.2.2)，振荡30min，通过定性滤纸过滤，收集滤液于蒸发瓶(3.3.4)中。在锥形瓶中加入乙酸乙酯洗涤试样3～5次，每次10mL。洗液通过滤纸过滤，合并于蒸发瓶中，用旋转蒸发器在45～50℃水浴中将提取液浓缩到2mL左右，用少量乙酸乙酯淋洗瓶壁，准确计量。

3.4.2 净化

用10mL注射器准确吸取半量浓缩液，注入硅胶预处理柱(3.3.2)中，用2mL乙酸乙酯以每秒约2滴的流速淋洗。收集淋洗液于蒸发瓶中，用旋转蒸发器于45～50℃水浴中蒸发淋洗液至干，再用氮气吹净残存乙酸乙酯。加5.0mL甲醇，充分振荡溶解，静置30min或离心3min(3 000～4 000r/min)后，取上清液供液相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱：P-BONDAPAKC18。

b. 流动相：甲醇—水溶液(52+48)。

c. 流速：0.8 mL/min。

d. 检测器：481型紫外检测器，波长220nm。

e. 温度：室温。

在上述色谱条件下，克百威保留时间约为9.54min，甲萘威11.75 min(本标准实验仪器为百进位)。

3.4.3.2 色谱测定

用微量注射器准确吸取10μL净化后的样液注入液相色谱仪，并测量其峰高。用相应的工作曲线估计样液中农药的大约浓度，再注入与样液中浓度最近的标准工作溶液10μL，测量其峰高。

3.4.4 空白试验：按上述有关步骤进行试剂空白试验。

3.5 结果计算

用色谱数据处理机或下列公式计算含量：

$$A = \frac{H_1 \times c \times V}{H_2 \times m}$$

式中：x—农药残留量，mg/kg；

H₁—样液中农药峰高，mm；

H₂—标准工作溶液中农药峰高，mm；

c—标准工作溶液中农药浓度，μg/mL；

m—所取试样量，g；

V—样液体积，mL。

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吉林、黑龙江进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人郭东、李庆才、许晓村、鲍清泰。