

## 1 主题内容与适应范围

本标准规定了出口玉米中六六六、滴滴涕、七氯、艾氏剂残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口玉米或其他粮谷中六六六、滴滴涕、七氯、艾氏剂残留量的检验。

## 2 抽样和制样

### 2.1 检验批

在产地不超过200t为一检验批，口岸装船前不超过500t为一检验批。

同一检验批内商品应具有同一特征，如包装、标记、产地、规格、等级等。

### 2.2 样本大小

#### 2.2.1 袋装

50件以下抽取5件，不足5件者全部开取；

51~100件，每增10件增取1件，不足10件者以10件计；

101~500件，每增50件增取1件，不足50件者以50件计。

#### 2.2.2 散装

#### 2.3 抽样工具

a. 1m或2m长的双套管取样器；

b. 分样器；

c. 盛样器；

d. 磨粉机。

#### 2.3.2 抽样方法

2.3.2.1 袋装粮谷：从堆垛的各部位按2.2.1抽取应取件数，抽样袋的袋点要分布均匀。将取样器从袋口的一角向对角插入袋内抽取样品。

2.3.2.2 散装粮谷：按2.2.2设定取样点，逐点抽取样品。

从每件(或每个取样点)抽取等量的、不少于100g的样品，混合后为原始样品。用分样器(或四分法)缩分出不少于2kg的平均样品，装入盛样器内，注明品名、报验号、批号、日期、取样品等，并由取样员封识，送交实验室。

### 2.4 实验室样品制备

用分样器将平均样品(约2kg)分为两份。一份作为存查样品，另一份继续缩分出500g，用磨粉机磨成粉末(通过直径为1.0mm的筛孔)混匀装入清洁的容器内密封，作为实验室试样。填写标签，注明品名、日期、垛位、申请单位、抽样人。

注：在抽样和样品制备过程中，必须注意不使样品受到污染或发生任何变化。

## 3 测定方法

### 3.1 方法提要

试样中六六六、滴滴涕、七氯、艾氏剂经丙酮—石油醚(2+8)提取，以一定浓度硫酸磷化并立即离心，进行气相色谱测定，单柱一次检出，内标法定量。

### 3.2 试剂和材料

3.2.1 石油醚：重蒸馏，收集沸程65~75℃馏分。取300mL用旋转蒸发器浓缩至5mL，在与测定方法相同的色谱条件下，取5μL进行测定，除石油醚峰外，无干扰被测物的杂质。

3.2.2 丙酮：分析纯，重蒸馏。

3.2.3 蒸馏水：取100mL，用10mL石油醚提取，在与测定方法相同的色谱条件下，取5μL提取液进行测定，应无石油醚以外的峰。

3.2.4 浓硫酸：优级纯。

3.2.5 硫酸溶液：(19+1)。

3.2.6 作为内标物的环氧七氯和标准农药的纯度均应>99%。

3.2.7 内标物标准溶液和农药标准溶液的配制：准确称取适量的环氧七氯、甲体六六六、乙体六六六、丙体六六六、丁体六六六、七氯、艾氏剂、对，对'—滴滴涕、邻，对，对'—滴滴涕、对，对'—滴滴涕，用少量苯溶解，然后用石油醚分别配成浓度为0.100mg/mL的标准储备溶液。根据需要再配制成适用浓度的混合标准工作溶液和内标物标准工作溶液。

注：如果试样中含有环氧七氯，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，配备电子俘获检测器。

3.3.2 旋转蒸发器。

3.3.3 心形瓶式脂肪提取器。

3.3.4 离心机：50mL刻度离心管，转速0~4000r/min。

3.3.5 微量注射器：5μL、10μL、100μL。

3.3.6 医用玻璃注射器：5mL。

### 3.4 测定步骤

#### 3.4.1 提取

称取经粉碎并混匀的试样10.0g于滤纸筒内，装入脂肪提取器中。加丙酮—石油醚(2+8)150mL于心形瓶中，在水浴上浸抽6h(每小时回流10~12次)。取出滤纸筒，将心形瓶中溶剂蒸干至约20mL，转移至50mL刻度离心管中，每次用玻璃注射器吸取5mL石油醚，洗涤心形瓶三次，洗液并入离心管内并定容40mL。

#### 3.4.2 净化

向3.4.1的提取液中加入浓硫酸，轻轻摇动5min，随即向提取液定量加入内标物标准工作溶液，摇匀，以3000r/min转速离心15min后，立即吸取上层净化液5~10mL，移入具塞刻度试管，供色谱测定。

注：每个试样按3.4.2进行的净化操作，从开始到结束不要超过1h。

#### 3.4.3 测定

##### 3.4.3.1 色谱条件

s. 色谱柱：玻璃柱，2.1m×3.3mm(内径)，填充物为1.5% (m/m) OV-17、7.5% OV-202、3% (m/m) XE-60、5% SE-30，分别涂于Chromosorb WAW-MCS(80~100筛目)，按体积比0.5:1:1.3:0.4混合后装柱，填充物体积约24mL。

b. 色谱柱温度：195°C。

c. 进样口温度：240°C。

d. 检测器温度：240°C。

e. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，60mL/min。

##### 3.4.3.2 色谱测定

根据试样溶液中农药浓度情况，选定峰高相近的农药标准工作溶液。标准工作溶液及试样溶液中各农药组分的响应值均应在仪器检测线性范围内。内标物和农药的峰高应尽量接近。

取适量上述已加入内标物的样液和选定的标准工作溶液同时进行色谱测定。

出峰顺序：甲体六六六、丙体六六六、七氯、艾氏剂、乙体六六六、丁体六六六、环氧七氯、对，对，一滴滴涕、邻，对'—滴滴涕、对，对'—滴滴涕、对，对'—滴滴涕。

#### 3.5 空白试验：按3.4测定步骤进行试剂空白试验。

### 3.6 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，也可按下式分别计算：

$$\text{农药残留量}(\text{mg/kg}) = \frac{h}{h'} \times \frac{h'_1}{h_1} \times \frac{c'}{c_i} \times \frac{m_i}{m}$$

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'\_1—标准工作溶液中内标物峰高，mm；

c'—标准工作溶液中农药浓度，ng/μL；

c\_i—标准工作溶液中内标物浓度，ng/μL；

m\_i—样液中加入内标物质量，μg；

m—试样质量，g。

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北京、秦皇岛、湖北进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人刘军、刘锦石、黄光泽、李永健、林涛、周国、高明、范崇阳。