

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口玉米中甲基嘧啶磷残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口玉米等粮谷中甲基嘧啶磷残留量的检验。

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件及以下取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，按粮堆高度分层取样。每区面积不超过50m²，每区在中心和四角设5个点，每层高度1 m左右。

2.3 取样工具和方法

2.3.1 取样工具

1 m或2m长的双套管取样器。

2.3.2 取样方法

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。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

按2.2.2设定取样点，逐点抽取样品。

2.4 试样的制备

从每件(或每个取样点)抽取等量的、不少于100 g的样品，混合后的原始样品用分样器(或四分法)缩分出不少于2kg的实验室样品装入盛样器内，注明报检号、批号、日期等，并由取样员签字送交实验室。

用分样器将实验室样品分为两份，一份作为存查样品，另一份继续缩分出500 g，用粉磨机磨成粉末(通过20筛目)贮于严密的样品瓶内，标签上填明品名、日期、报验号、申请单位、取样人等。

注：在抽样和制样的操作中，必须防止受到污染和发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

试样用丙酮—正己烷(1+4)提取，提取液经净化、无水硫酸钠脱水后，使用配有火焰光度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 正己烷：分析纯，重蒸馏。

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，于干燥器内贮存。

3.2.4 甲基嘧啶磷标准品：纯度>99%。

3.2.5 甲基嘧啶磷标准溶液：准确称取适量(精确至0.000 2g)的甲基嘧啶磷标准品(3.2.4)，用正己烷(3.2.1)配成浓度为1mg／mL的标准储备溶液，根据需要再配制成适用浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪：配有火焰光度检测器。

3.3.2 微量注射器：5μL、10μL。

3.3.3 振荡器。

3.3.4 无水硫酸钠柱：筒形漏斗，内装5cm高的无水硫酸钠(3.2.3)。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取20.0 g试样于具塞锥形瓶内，加入10 mL蒸馏水，混匀，然后加入丙酮—正己烷(1+4)100mL在振荡器上振荡45min。静置至上层溶液澄清，取上清液50mL于分液漏斗中。

3.4.2 净化

在上述分液漏斗中加入50mL蒸馏水，振荡1 min，分层后放掉下层水相。正己烷相过无水硫酸钠柱脱水后，定容至50mL，供色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件(可根据所用仪器另行优选)

a. 色谱柱：玻璃柱，2 m×3 mm(内径)，填充物为涂有4% (m／m)SE-30+6% (m／m)QF-1的chromosorbWHP(80～100筛目)。

b. 柱温：210℃。

c. 进样口温度：250℃。

d. 检测器温度：250℃。

e. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，30mL／min。

f. 氢气：流量，65mL／min。

e. 空气：110mL／min。

3.4.3.2 色谱测定

用微量注射器准确吸取适量的净化样液进行色谱测定，测量样液中农药峰值。用相应的工作曲线估计样液中农药的大约浓度，然后取与样液浓度最接近的标准工作溶液与样液等体积同时测定。

3.4.4 空白试验

按上述的操作步骤进行试剂空白试验。

3.4.5 结果计算

用色谱数据处理机或按下列公式计算，求出含量。

$$x=\frac{h}{h'}\times\frac{c}{M}\times V$$

式中：x—甲基嘧啶磷残留量，mg／kg；

h—样液中农药峰高，mm；

h'—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—样液定容体积，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安徽、山东进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人朱梦翔、王新、刘钢。