

1 主题内容与适应范围

本标准规定了出口荞麦中艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口荞麦(或其他粮谷)中艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过1 500件为一检验批。同一检验批内商品应具有同一的特征，如包装、产地、标记、等级、规格等。

2.2 样本大小

50件及以下抽5件；

51～100件抽10件；

101～500件抽42件；

501～1 000件抽72件；

1 000件以上每增50件，增抽1件，不足50件按50件计。

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，用取样器从所抽取包的包口的一角，依斜对角方向插入包内，抽取等量样品，各包内取得的样品经混合后，即为原始样品；原始样品的总重量不得少于4kg，然后缩分出1kg均匀样品送交实验室。

2.4试样的制备

将送来实验室的样品全部去皮，将籽实粉碎至全部通过20筛目，用四分法缩分出均匀样品二份(每份250g)，作为实验室样品供检验和复验用。实验室样品必须密封并填写标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人。

注：在抽样和样品的制备操作中，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

用丙酮—石油醚溶液提取试样中农药残留物，经弗罗里硅土和中性氧化铝柱层析净化后，用气相色谱法测定。

3.2试剂和材料

3.2.1 石油醚：重蒸馏，收集沸程65～75℃馏份。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5μL进行测定，除石油醚峰外无干扰被测物的杂质。

3.2.2 蒸馏水：取蒸馏水100mL，用石油醚10mL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。

3.2.3 丙酮：分析纯，重蒸馏。

3.2.4 苯：分析纯，重蒸馏。

3.2.5 乙醚：分析纯。

3.2.6 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，贮于密封瓶中备用。

3.2.7 中性氧化铝(层析用)：500℃灼烧4h，使用前夕在130℃干燥2h，置于干燥器冷却，每100g加10mL水，摇至均匀待用。

3.2.8 弗罗里硅土(60～100目)650℃灼烧4h，使用前夕在130℃干燥2h，置于干燥器内冷却。每100g加5mL水，摇至均匀待用。

3.2.9 作为内标物的环氧七氯及标准农药的纯度均应大于99%。

3.2.10 内标物标准溶液及农药标准溶液的配制：准确称取适量的环氧七氯、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂，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含内标物的混合标准工作溶液和内标物标准工作溶液。

注：如果试样中存在环氧七氯，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，备有电子俘获检测器。

3.3.2脂肪抽提器：150mL。

3.3.3 层析柱：20cm×1.5cm(内径)。

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 微量注射器：10μL。

3.3.8 脱脂棉和滤纸筒：用丙酮—石油醚(2+8)混合液回流2h后，取出挥发至干，保存在清洁容器中备用。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取制备好的样品10.0g(用氧化铝净化时称5.0g)于滤纸筒内，样品表面覆盖少许脱脂棉，装入抽提器中。加丙酮—石油醚(2+8)混合液100mL于抽提瓶中，在水浴上浸抽4h(从第一次回流开始计时，回流速度8～10次／h)，取出滤纸筒，将提取液浓缩至5mL左右待用。

3.4.2 净化

A法：于层析柱内，依次装入2cm高无水硫酸钠，10g中性氧化铝及2 cm高无水硫酸钠。用乙醚—石油醚(3+17)作淋洗剂预淋洗层析柱。收集20mL弃去，然后将浓缩后的提取液倒入柱内，流出液收集于50mL容量瓶内(流速为30滴／min，约1.25mL)供气相色谱测定。

B法：于层析柱内，依次装入2cm高无水硫酸钠，10g弗罗里硅土和2cm高无水硫酸钠。用乙醚—石油醚(3+17)作淋洗剂预淋洗层析柱。收集20mL弃去，然后将浓缩的提取液倒入柱内，流出液收集于50mL容量瓶内(流速为30滴／min，约1.25mL)供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

色谱柱I

a. 玻璃柱，2m×3mm(内径)，填充物为：1.6% OV—17+6.4% OV—210混合液涂于GasChromQ(80～100筛目)。

b. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，30mL／min。

c. 柱温：200℃。

d. 进样口温度：230℃。

e. 检测器温度，250℃。

色谱柱II

a. 玻璃柱，2m×3mm(内径)，填充物为：3% (m／m)DEGS涂于ChromosorbWHP(80～100筛

目)。

b. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，30mL／min。

t. 柱温：190℃。

d. 进样口温度：230℃。

e. 检测器温度：250℃。

3.4.3.2 色谱测定

准确地移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作为色谱测定的样液。另选择与样液中农药相近的标准工作溶液与样液同时进行色谱测定。

注：①在上述色谱情况下，各农药组分出峰顺序：

柱I：艾氏剂约为4.36min；

环氧七氯约为7.06min；

狄氏剂约为11.08min；

异狄氏剂约为13.40min。

柱II：艾氏剂约为3.50min；

环氧七氯约为8.56min；

狄氏剂约为11.42min；

异狄氏剂约为13.16min。

②实际使用的农药标准工作溶液及样液中各浓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。

3.5 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：

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

式中；h—一样液中农药峰高，mm；

h'—标准工作溶液中农药峰高，mm；

h<sub>i</sub>—一样液中内标物峰高，mm；

h'<sub>i</sub>—标准工作溶液中内标物峰高，mm；

c—样液浓度，s～L；

c'—标准工作溶液中农药浓度μg／μL，

c<sub>i</sub>—一样液中内标物浓度，μg／μL；

c'<sub>i</sub>—标准工作溶液中内标物浓度，μg／μL。

注：①计算结果需扣除空白值。

②本法可同时测定六六六和滴滴涕残留量。

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、湖北进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人陈余英、吴子良、范崇阳。