

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口植物油中六六六、滴滴涕残留量的抽样及测定方法。

本标准适用于出口植物油中六六六、滴滴涕残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

2.2 样本大小

2.2.1 桶装

100件以内，取10件，但不得少于5件；

101～500件，每增加100件，增取6件；

501～1 000件，每增加100件，增取4件；

1 001～5 000件，每增加1 000件，增取2件；

5 000件以上，每增加1 000件，增取1件。

每件取约100～150g。

2.2.2 散装

油池(罐)、车槽、船舱分上、中、下三层取样，见下表：

层位	取样部位	取样份数
上	上液面下20cm处	1
中	油层中部	3
下	距舱底(或油水界面)20cm处	1

取样数量：

500t以下的不少于1.5kg；

501～1 000t的不少于2kg；

1 000t以上的不少于4kg。

2.3试样的制备

将取得的全部样品倒入洁净的搪瓷混样桶内，充分搅拌混匀，分出1 kg装入清洁容器作为实验室样品。实验室样品必须立即封识，并填写标签，注明品名、日期、报验号、舱(桶)号、申请单位、取样人。

注：在抽样和样品制备的操作中，必须注意不使样品带进污染物或者发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

试样用石油醚及少量的苯溶解，溶液用浓硫酸净化，净化液过无水硫酸钠柱脱水后，用配有电子俘获检测器的气相色谱仪测定，内标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 石油醚：重蒸馏，收集65～75℃的馏份。取300mL用旋转蒸发器浓缩至5mL，在与测定方法相同的条件下，取5μL进行色谱测定，不得有干扰被测物的杂峰。

3.2.2 蒸馏水：取100mL，用10mL石油醚(3.2.1)提取，在与测定方法相同的条件下，取5μL提取液进行色谱测定，不得有干扰被测物的杂峰。

3.2.3 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，贮于密闭容器中。

3.2.4 硫酸钠水溶液(20g/L)：将2g无水硫酸钠(3.2.3)溶于100mL蒸馏水中。

3.2.5 浓硫酸：优级纯。

3.2.6 苯：分析纯，重蒸馏。

3.2.7 标准农药和内标物(环氧七氯)：纯度均应大于99%。

3.2.8 内标物和农药标准溶液：准确称取环氧七氯，甲体六六六、乙体六六六、丙体六六六、丁体六六六、对，对' -滴滴涕、邻，对，对' -滴滴涕、对，对' -滴滴涕标准品各0.0100g，分别用少量苯溶解后，再用石油醚转移于100mL容量瓶中定容。其溶液浓度均为100μg/mL。根据需要再配制成适用浓度的混合标准工作溶液。

注：如果试样中存在环氧七氯，可选择其他内标物。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配备电子俘获检测器。

3.3.2 微量注射仪器：1μL、10μL、100μL。

3.3.3 旋转蒸发器。

3.3.4 全玻璃系统蒸馏装置。

3.3.5 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 净化

称取油样5g，用140mL石油醚溶解，移入500mL分液漏斗中，再加60mL苯，混匀。加20mL浓硫酸，轻轻振荡0.5min，注意打开活塞放气，关闭活塞静置至分层，弃去酸层。重复净化4～5次(净化至下层酸液呈无色或淡黄色)，静置分层后，弃去酸层。加无水硫酸钠水溶液(3.2.4)150 mL，振荡1min，静置至分层后，弃去水层。加5～10g无水硫酸钠(3.2.3)于分液漏斗内，轻轻摇动几次，然后将石油醚层通过无水硫酸钠柱(3.3.5)，再用少量石油醚洗涤分液漏斗及无水硫酸钠柱，合并过柱后的石油醚提取液用旋转蒸发器，浓缩至约20mL。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

a. 色谱柱：2 m×3mm(内径)玻璃柱，填充物为涂有1.5% (m/m)OV-17+1.95% (m/m)QF-1的Chromosorb WAW-DMCS(80～100目)。

b. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，60mL/min。

c. 柱温：190℃。

d. 进样口温度：250℃。

e. 检测器温度：250℃。

3.4.2.2 色谱测定

向净化样液中定量加入内标物标准溶液，将此样液和与样液中农药浓度最接近的混合农药标准工作溶液同时进行气相色谱测定。样液和混合农药标准工作溶液中内标物的浓度应相近。

3.4.3 空白试验

按上述步骤同时进行试剂空白试验。

3.4.4 结果计算

用色谱数据处理机或下式计算：

$$X = (h / h') \times (h_1' / h_1) \times (c' / c_1') \times (m_1 / m)$$

式中：X—农药残留量，mg/kg；

h—样液中农药峰高，mm；

h' —混合标准工作溶液中农药峰高，mm；

h₁' —混合标准工作溶液中内标物峰高，mm；

h₁—样液中内标物峰高，mm；

c' —混合工作标准溶液中农药浓度，μg/μL；

c₁' —混合标准工作溶液中内标物浓度，μg/μL；

m₁—样液中加入内标物质量，μg；

m—样品量，g。

注：如果有空白值，计算结果需将空白值扣除。

3.4.5 回收率

a. 甲体六六六：101%～104%；

b. 乙体六六六：95%～99%；

c. 丙体六六六：101%～106%；

d. 丁体六六六：89%～101%，

e. 对，对' -滴滴涕：85%～105%；

f. 邻，对' -滴滴涕：88%～106%；

g. 对，对' -滴滴涕：94%～106%；

h. 对，对' -滴滴涕：94%～117%。

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。

本标准由山东进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人刘学谦、刘淑贞、刘钢。