

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口花生和大豆中六六六、滴滴涕残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口花生和大豆中六六六、滴滴涕残留量检验。

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 抽样数量

按下列规定抽取样品。

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100件增取8件，不足100件者以100件计；

501～1 000件，每增100件增取6件，不足100件者以100件计；

1 000件以上，每增100件增取3件，不足100件者以100件计。

2.2.2 散装

按油籽堆存面积分区设点，按油籽堆存高度分层抽样。每区面积不超过50m<sup>2</sup>，每区在中心和四角设五个点，每层高度1m左右。

2.3 抽样工具和方法

2.3.1 抽样工具

a. 1m或2m长的双套管取样器；

b. 分样器；

c. 盛样器。

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 散装按2.2.2设定取样点，逐点抽取样品。

2.3.2.3 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，注明报验号、批号、日期等，并由取样员封识送交实验室。

2.4 实验室样品及试样的制备

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，大豆样品用粉碎机(3.3.2)磨成粉末(通过直径为1.0mm的筛孔)，花生样品则用特制切片机(3.3.3)切碎，混匀装入清洁的容器内密封，作为测试样品。填写标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人。

注：在抽样和样品制备的操作中，必须注意不使样品受到污染或者发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

以丙酮+石油醚(2+8)混合溶剂提取试样中残留六六六、滴滴涕，提取液经浓硫酸净化除去脂类杂质。用气相色谱电子俘获检测器测定，内标法定量。

3.2试剂和材料

3.2.1 石油醚：沸程65～75℃。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，溶剂峰及其他杂峰不干扰六六六、滴滴涕测定，溶剂杂峰其峰高不得超过相当于2×10<sup>-11</sup>g的丙体六六六的峰高。

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 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，贮于密闭容器中。

3.2.6 硫酸钠水溶液(20g/L)：将20g无水硫酸钠(3.2.5)溶于蒸馏水中，稀释至1 000mL。

3.2.7 内标物溶液和农药标准溶液。

3.2.7.1 内标物环氧七氯和标准农药六六六、滴滴涕的纯度≥99%。

3.2.7.2 内标物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、对，对'一滴涕依、邻，对一滴涕涕、对，对'一滴涕涕、对，对'一滴涕涕(3.2.7.1)，用少量苯溶解，然后用石油醚分别配制成浓度为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 气相色谱仪并配备电子俘获检测器。

3.3.2 粉碎机。

3.3.3 切片机：见附录A(补充件)。

3.3.4 旋转蒸发器。

3.3.5 心形瓶式脂肪提取器：250mL心形瓶。见附录B图B1。

3.3.6 抽吸装置：见附录B图B2。

3.3.7 微量注射器，5μL、10μL、100μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取：称取经粉碎混匀的样品5.0g于滤纸筒内，装入脂肪提取器中(3.3.5)。加丙酮+石油醚(2+8)100mL于心形瓶中，在水浴上浸抽5～6h(每小时回流10～12次)，取出滤纸筒，将心形瓶内溶剂蒸发至约剩20mL，取下心形瓶，加入石油醚使总体积为150mL。

3.4.2 净化：向上述心形瓶中的提取液内加入浓硫酸15mL(3.2.4)，轻轻摇动1～2次，静置分层，用抽吸装置(3.3.6)将下层酸液缓慢抽除。再重复如上操作，净化1～3次(净化至下层酸液呈无色或淡黄色)，每次振荡0.5min，静置分层后抽除下层溶液，用硫酸钠水溶液(3.2.6)洗涤2次(每次100mL)，抽除水层，在旋转蒸发器(3.3.4)或脂肪提取器(3.3.5)上将净化液浓缩至合适的体积(约20mL)，然后向净化液中定量加入环氧七氯内标物标准溶液(3.2.7.2)使其浓度与选定的标准工作溶液中的内标物浓度相近，摇匀，加入至少5g无水硫酸钠(3.2.5)，脱水后随即进行色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃柱，2m×2.5mm(内径)。填充物为2.5% OV-17和3.3% QF-1混合物，涂于Chro-mosorbWAW-DMCS(80～100筛目)；

b. 柱温：200℃；

c. 进样口温度：250℃；

d. 检测器温度：270℃；

e. 载气：高纯氮，纯度≥99.99%，50mL/min。

3.4.3.2 色谱测定

取适量的上述已加入内标物的样液、空白试液和选定的工作标准溶液同时进行色谱测定。

注：①出峰顺序为甲体六六六、丙体六六六、乙体六六六、丁体六六六、环氧七氯、对，对'一滴涕依、邻，对一滴涕涕、对，对'一滴涕涕、对，对'一滴涕涕、对，对'一滴涕涕。

②标准工作溶液及待测液中各农药组分的响应值均应在仪器检测器线性范围之内。

3.4.4 空白试验：按上述步骤进行。

3.5 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，也可按式(1)分别计算。

$$X = \frac{h}{h'} \times \frac{h_1'}{h_2'} \times \frac{c_1'}{c_2'} \times \frac{m_2'}{m_1'}$$

式中：h—样液中农药的峰高mm；

h'—一标准工作溶液中农药的峰高，mm；

h<sub>1</sub>'—一标准工作溶液中内标物的峰高，mm；

h<sub>2</sub>—样液中内标物的峰高，mm；

c'—一标准工作溶液中农药的浓度，ng/μL；

c<sub>1</sub>'—一标准工作溶液中内标物的浓度，ng/μL；

m<sub>1</sub>—样液中加入内标物的量，μg；

m—样品量，g。

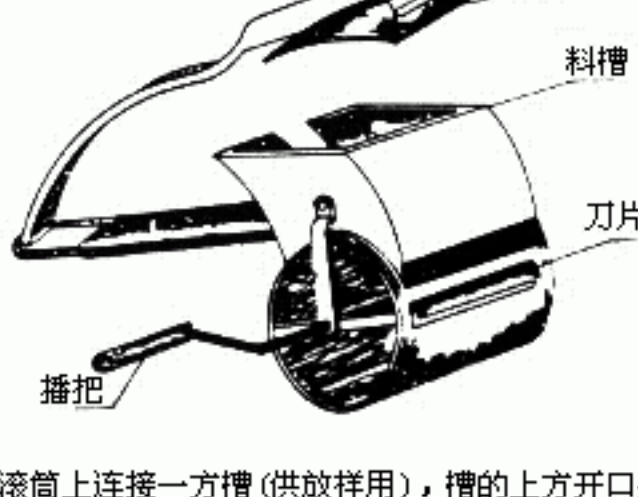
注：计算结果需将空白值扣除。

附录 A

切 片 机

(补充件)

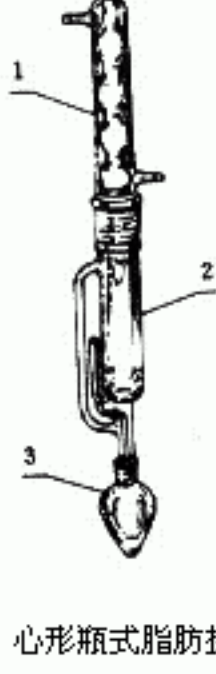
A1 切片机见下图。



附录 B

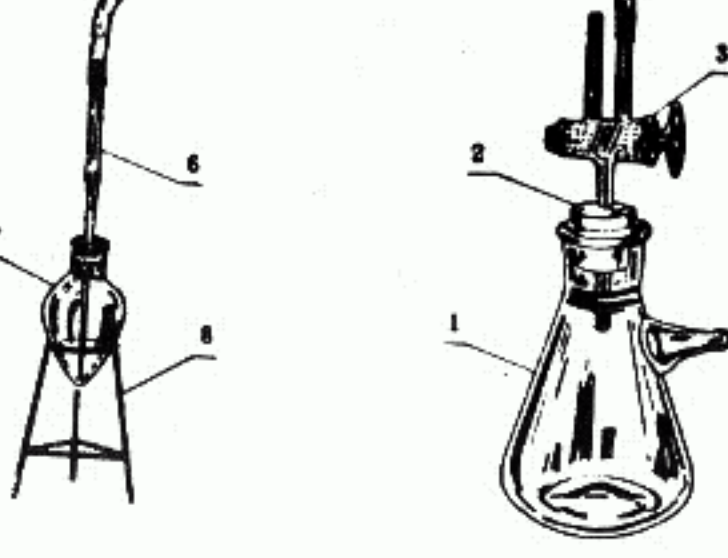
心形瓶式脂肪抽提器及抽吸装置

(补充件)



图B1 心形瓶式脂肪提取器

1—冷凝器；2—提取器；3—心形瓶



图B2 抽吸装置

1—抽滤瓶；2—橡胶塞；3—玻璃三通节门；4—胶管；5—聚乙烯软管；  
6—玻璃吸管；7—心形瓶；8—心形瓶架

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天津进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人富恩承、郭朝阳、穆乃强、郑洪生。