

出口蔬菜及蔬菜制品中敌敌畏、二嗪磷 和马拉硫磷残留量的检验方法

Method for determination of DDVP、diazinon and malathion residues in vegetable and vegatable product for export

SN 0144—92  
代替ZB X77002—87

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口蘑菇和蘑菇罐头中敌敌畏、二嗪磷和马拉硫磷残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口蘑菇和蘑菇罐头中敌敌畏、二嗪磷和马拉硫磷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过4 000箱为一检验批。同一批内商品应具有同一特征，如产地、包装、标记、等级、规格等。

2.2 样本大小

批量(件)	最低抽取数(件)
25以下	1
26～100	5
101～250	10
251～1500	15
1501以上	20

2.3抽样工具和方法

抽样必须按产地，分批次不同部位随机取样，每件至少取500g(罐头样品每件取1罐)，作为原始样品。原始样品总量不得少于2 000g。

2.4试样的制备

将所抽取原始样品混匀，缩分出1 000g，经组织捣碎机捣碎均化，均分成两份，装入洁净容器内，密封，作为检验和复验试样。填写标签，注明品名、日期、产地、垛位、报验号、申请单位、抽样人。

2.5 样品保存

试样制备后，不是当日检验，应在-18℃冷冻保存。

注：在抽样和制样的操作中，必须防止样品受到污染或发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

本方法采用丙酮和二氯甲烷提取。在有丙酮—二氯甲烷(2+1)存在时除去大部分色素，然后将二氯甲烷液浓缩，用气相色谱—火焰光度检测器测定。

3.2试剂和材料

3.2.1 丙酮：分析纯，重蒸馏。

3.2.2 二氯甲烷：分析纯，重蒸馏。

3.2.3 无水硫酸钠：分析纯，经650℃灼烧4h，贮于气密塞瓶中备用。

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

3.2.5 标准农药的纯度>99%。

3.2.6 分别称取适量的敌敌畏、二嗪磷、马拉硫磷，用少量丙酮溶解，然后用二氯甲烷分别配制成0.20 mg／mL的标准储备溶液，根据需要在使

用前配制成适用浓度的混合农药标准工作溶液。

3.2.7 内标物纯度>98%。

3.2.8 称取甲基一对硫磷(内标物)适量，用少量丙酮溶解，然后用二氯甲烷配制成0.10mg／mL的内标物储备溶液，根据需要在使

用前配制成适用浓度的内标物标准工作溶液。

3.2.9 含内标物的混合农药标准工作溶液；取适量混合农药标准工作溶液和适量内标储备溶液配制含内标物的混合农药标准工作溶液。

注：如果试样中存在甲基一对硫磷，可选用其他合适的内标物。

3.3仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪配备火焰光度检测器，用526nm磷滤光片。

3.3.2 高速组织捣碎机。

3.3.3旋转蒸发器。

3.3.4 分液漏斗：125mL，500mL。

3.3.5 过滤漏斗。

3.3.6 纱布；经丙酮提取。

3.3.7 无水硫酸钠柱：内径1.8cm，长7cm，内填装5cm高的无水硫酸钠。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取和净化

称取样品50g于具塞锥形瓶内，加丙酮40mL，振荡5min，静置30min，过滤。残渣用丙酮—二氯甲烷40mL(2+1)提取。最后用20mL二氯甲烷洗涤残渣。合并提取液于分液漏斗内，静置分层。收集下层有机相，水相再用15mL二氯甲烷分两次提取。合并有机相，弃去水相。用硫酸钠水溶液洗涤有机相两次，每次100mL。有机相通过无水硫酸钠柱脱水。用少量二氯甲烷洗涤无水硫酸钠柱。

收集已脱水的有机相于旋转蒸发器内，在45℃水浴中减压浓缩至适用体积，移入刻度管内，用少量二氯甲烷洗涤浓缩瓶，合并有机液于同一刻度管内，定容，定量加入内标物溶液，供气相色谱测定。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃柱1m×2.5mm(内径)，填充物为5% (m／m)OV-101涂于ChromosorbWHP(80～100目)。

b. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，80mL／min；

c. 氢气：100mL／min；

d. 空气：80mL／min；

e. 柱温：180℃；

f. 进样口温度：220℃；

g. 检测器温度：220℃。

3.4.5 色谱测定

用微量注射器准确吸取适量净化液，注入气相色谱仪内，并测量其峰值。用相应的工作曲线估计样液中农药的大约浓度，然后取与样液中浓度接近的含内标物混合农药标准工作溶液与样液同时进行气相色谱测定。

注：各农药组分及内标物出峰顺序：敌敌畏、二嗪磷、甲基一对硫磷、马拉硫磷。

3.4.6 空白试验：按上述测定步骤进行试剂空白试验。

3.4.7结果计算

用色谱数据处理机计算农药残留量，也可按下式计算：

$$x=\frac{h}{h'}\times\frac{c'}{c}\times\frac{h_2'}{h_2}\times\frac{c_1}{c_1'}$$

式中：x—农药残留量，mg/kg；

h—样液中农药峰高，mm；

h'—含内标物混合农药标准工作溶液中农药峰高，mm；

h<sub>1</sub>—样液中内标物峰高，mm；

h<sub>1</sub>'—含内标物混合农药标准工作溶液中内标物峰高，mm；

c—样液浓度，g／μL；

c'—含内标物混合农药标准工作溶液中农药浓度，μg／μL；

c<sub>1</sub>'—含内标物混合农药标准工作溶液中内标物浓度，μg／μL；

c<sub>1</sub>—样液中内标物浓度，μg／μL。

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湖北进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人李冬、卢康全。