

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口啤酒花中六六六、滴滴涕残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口啤酒花中六六六、滴滴涕残留量检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过600包为一检验批。

2.2 样本大小

30包以下取3包；

31～100包每增加10包，增取1包；

101～220包每增加20包，增取1包；

大于221包，每增加50包，增取1包；

每包取样不少于50g，每批取样量不少于200g。

2.3 试样的制备

将抽取的大样充分混匀，用四分法缩分至200g，然后用植物粉碎机粉碎样品约16mm<sup>2</sup>的小片，混匀，装入清洁的容器内，作为实验室样品。实验室样品必须立即密封，填写标签，注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、抽样人。

注：在取样和样品制备的操作中，必须防止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

用丙酮—石油醚混合物提取试样中农药残留物，浓硫酸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65～75℃馏分。取300mL用旋转蒸发器浓缩至5mL，在与测定方法相同的色谱条件下取5μL进行色谱测定，除石油醚峰外无其他干扰被测物的杂质峰。

3.2.2 丙酮：分析纯，重蒸馏。

3.2.3 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提取液进行色谱测定，应无石油醚以外的峰。

3.2.4 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，贮于密闭容器中。

3.2.5 硫酸钠水溶液 (20g／L)：将2g灼烧过的无水硫酸钠溶于100mL蒸馏水中。

3.2.6 浓硫酸：优级纯。

3.2.7 标准农药和作为内标物的环氧七氯的纯度均应>99%。

3.2.8 内标物标准溶液中农药标准溶液的配制：准确称取适量的环氧七氯、甲体一六六六、乙体一六六六、丙体一六六六、丁体一六六六、对，对，对—滴滴涕、邻，对—滴滴涕、对，对，对—滴滴滴、对，对，对—滴滴涕，用少量苯溶解，然后用石油醚分别配制成浓度为0.100mg／mL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。

注：如果试样中含有环氧七氯，可选择其他适当的内标物。

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 微量注射器：1 μL、10 μL、50μL、100 μL。

3.3.3 脂肪提取器：150mL。

3.3.4 全玻璃系统蒸馏装置。

3.3.5 植物粉碎机。

3.3.6 无水硫酸钠柱：筒形漏斗，直径1 cm，内装5 cm高的无水硫酸钠。

3.3.7 容量瓶：10mL、50mL、100mL。

3.3.8 吹氮蒸发器 (全玻璃装置)，并配有5mL、10mL、20mL、25mL的接受管。

3.3.9 脱脂棉和滤纸：用丙酮—石油醚 (2+8)混合液在脂肪提取器内回流2 h后，取出挥发至干，保存在清洁容器内备用。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取粉碎混匀的实验室样品3.0g，将样品装入滤纸筒内，上面覆盖少许脱脂棉，然后置提取器内，加入100mL丙酮—石油醚 (2+8)混合液，在水浴上提取6h (回流速度每小时6～10次)。取出滤纸筒，在原提取器内将瓶中溶剂浓缩至约40 mL，然后将瓶内提取液转入干燥的分液漏斗内，再用80mL石油醚分四次洗涤瓶，洗涤液合并于上述分液漏斗中，使总体积约为120mL。

3.4.2 净化

于上述分液漏斗中的提取液内加入12mL浓硫酸，摇动数次后静置分层，弃去下层酸液，如此重复数次直至下层酸液呈无色或淡黄色为止。用硫酸钠水溶液洗涤石油醚层两次，每次100mL振荡0.5min，静置分层后弃去水层。将石油醚层通过无水硫酸钠柱脱水，用少量石油醚洗涤无水硫酸钠柱三次，收入瓶中，必要时进行浓缩或稀释。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱：玻璃柱，2 m×3 mm (内径)，填充物为2.5% (m／m)OV—17和3.3% (m／m)QF—1混合液涂于ChromosorbW AW—DMCS (80～100筛目)；

b. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，30mL／min；

c. 柱温：193℃；

d. 进样口温度：230℃；

e. 检测器温度：215℃。

3.4.3.2 色谱测定

向净化后的样液中定量加入内标物标准工作溶液，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进行气相色谱测定。

3.4.4 空白试验

按3.4条测定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。

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

式中：h—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>'—标准工作溶液中内标物峰高，mm；

h<sub>i</sub>—样液中内标物峰高，mm；

c'—标准工作溶液中农药浓度，ng／μL；

c<sub>i</sub>'—标准工作溶液中内标物浓度，ng／μL；

m<sub>i</sub>—样液中加入内标物量，μg；

m—样品量，g。

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新疆进出口商品检验局、内蒙古进出口商品检验局、湖北进出口商品检验

局起草。

本标准主要起草人张曦静、郑树桐、范崇阳。