出口粮谷中异丙威残留量检验方法

Method for the determination of isoprocarb residues in cereals for export

SN 0490—1 995

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口粮谷中异丙威残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口大米和玉米中异丙威残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过4 000袋(2000t)为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同的特征，如包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2 抽样数量

2.2.1 袋装商品(一般指大米)

按一批总袋数的平方根(式(1))抽取，即：

$$a=\sqrt{N} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(1)$$

式中：N—全批袋数；

a—抽样袋数。

注：a取整数，小数部分向前进位为整数。

2.2.2 散积商品(一般指玉米)

粮堆高度不超过2m，按粮堆面积分区设点，以150m^2为一个取样区，每区设中心和四角(便边沿1 m处)5个点。每增加一个抽样区，增设3个点。

2.3 抽样和制样工具

2.3.1 单管取样器：不锈钢管。全长55cm(包括手柄)，直径1.5～2.5cm，闷管长度应超过袋对角线长度的二分之一，见图1。

图1 单管取样器

2.3.2 双套管取样器：两根不锈钢管构成。全长150cm(包括手柄)，外管有6个孔眼，内管上有槽，内管直径2.0 ～2.5 cm，见图2。

图2 双套管取样器

2.3.3 取样铲。

2.3.4 分样板。

2.3.5 样品袋(袋)：可密封。

2.3.6 分样布或适用铺垫物。

2.3.7 粉碎机：带冷却水。

2.4 抽样方法

2.4.1 袋装抽样

2.4.1.1 袋内抽样

按2.2.1规定的应抽样件数的90%，在堆垛四周上、中、下各部位以曲线形走向，随机抽取。将取样器(2.3.1)的凹槽朝下，从每袋一角依斜对角方向插入袋内，然后将闷槽旋转180°，抽出取样器，将取得样品立即倒入盛样容器内。每袋所取样品数量约100g，且应基本一致。

2.4.1.2 袋包抽样

从堆垛的各部位随机抽取2.2.1规定的应抽样袋的10%(每批一般不少于5袋)，将袋口缝线全部拆开，平置于分样布或其他洁净的铺垫物上，双手紧握袋底两角，提起成45°倾角，倒扰1 s以上，使袋内货物全部倒出后，检查货物的外观、气味、有无发霉、变质等，并查看袋内和袋间品质是否均匀。确认情况正常后，用取样铲随机在各部位抽取样品，立即倒入盛样容器内。每袋所取样品量应与2.4.1.1基本一致。

每批样品总量应不少于4kg。

2.4.2 散集抽样

按2.2所规定的取样点，逐点将取样器(2.3.2)垂直(略带倾斜)插入取样点的粮堆内至相应深度，旋转外套管，抽出取样管，立即将取出的样品倒入盛样器内。从各点抽样品量应基本一致，从全批所取得的原抽样品量应不少于4 kg。

2.4.3 大样缩分

集中袋装抽样(袋内抽样和包抽样)或散集抽样所取全部样品，倒于分样布上，用分样板按四分法缩分出样品不少于2kg，装入盛样容器内，加封后标明标记并及时送实验室。

2.5 试样制备

将所取样品缩分至约1kg，全部磨碎，通过20目筛，混匀，分成两份，装入洁净容器内，加封，标明标记。

2.6 试样保存

将试样于-5℃以下避光保存。

注：在抽样及制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

用丙酮提取试样中的异丙威，经活性炭和磷酸钙混合柱净化，用配有氮磷检测器的气相色谱仪进行测定，外标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 无水硫酸钠：分析纯，经650℃灼烧4h，冷却后置于干燥器内备用。

3.2.2 正己烷：分析纯，经全玻璃系统重蒸馏。

3.2.3 丙酮：分析纯，经全玻璃系统重蒸馏。

3.2.4 助滤剂：硅藻土545。

3.2.5 活性炭：层析用，60～100目。经130℃烘3h，冷却，贮存于干燥器中备用。

3.2.6 磷酸钙：分析纯。

3.2.7 异丙威标准品：纯度≥99%。

3.2.8 异丙威标准溶液：准确称取适量的异丙威标准品，用丙酮配成浓度为0.10mg/mL的标准贮备液，用时再根据需要用正己烷稀释至适当浓度的标准工作液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪：配备氮磷检测器。

3.3.2 微量注射器：2μL、10μL。

3.3.3 离速匀浆机。

3.3.4 旋转蒸发器。

3.3.5 恒温水浴锅。

3.3.6 梨形瓶：200mL(24号磨口)。

3.3.7 全玻璃蒸馏系统。

3.3.8 净化柱：300mm×10mm(d.d)玻璃柱，柱底填约0.5cm高的脱脂棉，依次干法装入2cm高的磷酸钙(3.2.6)和3cm高的活性炭(3.2.5)，上填约3g无水硫酸钠(3.2.1)。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样约20 g(精确到0.1 g)，置于200 mL烧杯中，加入40 mL丙酮，于匀浆机上匀浆提取5min，通过铺有助滤剂的漏斗进入容量瓶中。残渣再用30mL丙酮匀浆提取一次，滤入同一容量瓶中，用40mL丙酮分成数次洗涤烧杯壁及残渣，滤入同一容量瓶，用丙酮定容至100mL。

3.4.2 净化

移取20.0mL提取液，直接移入净化柱(3.3.8)，控制流速1.0～1.5 mL/min过柱，待该面与硫酸钠层齐平，以10mL丙酮分数次洗涤柱，流出液一并收集于梨形瓶中，在40℃于旋转蒸发器上浓缩至近干，取下，在空气流吹干。用2.0mL正己烷冲洗瓶壁，溶解残渣，加适量(1g)无水硫酸钠，溶液供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

从下列a、b二种条件中任选一种。

a. 色谱柱：玻璃柱，1.1 m×3mm(i.d)，填充物为3%(m/m)OV-1涂于Chromosorb W(AW 80～100目)；

色谱柱温度：170℃；

进样口温度：235℃；

检测器温度：285℃；

载气：氮气，纯度≥99.99%，60mL/min；

进样量：2μL。

根据不同仪器，调整氮气、空气流量和铷珠电流。

在此条件下异丙威的保留时间约为5.4 min。

b. 毛细管色谱柱：经一1熔融石英柱，25m×0.53mm(i.d)×0.6μm(膜厚)；

色谱柱温度：170℃；

进样口温度：235℃；

检测器温度：285℃；

载气：氮气，纯度≥99.99%，13mL/min；

进样量：2μL。

尾吹气：氮气，纯度≥99.99%，30mL/min。

根据不同仪器，调整氮气、空气流量和铷珠电流。

在此条件下异丙威的保留时间约为5.3min。

3.4.3.2 色谱测定

根据样品中异丙威含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液。对标准工作溶液和样液等体积参插进样进行测定。标准工作溶液和样液中异丙威响应值应在仪器检测线性范围内。

3.5 空白试验

除不加试样外，按上述测定步骤进行。

3.6 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(2)计算试样中异丙威含量。

$$X=\frac{h_1 \cdot c \cdot V}{h_2 \cdot m} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(2)$$

式中：X—试样中异丙威的含量，mg/kg；

h_1—样液中异丙威的峰高，mm；

h_2—标准工作溶液中异丙威的峰高，mm；

c—标准工作溶液中异丙威的浓度，μg/mL；

V—样液最终定容体积，mL；

m—是样液所代表的试样量，g。

注：计算结果需扣除空白值。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法测定低限为0.02mg/kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：异丙威添加浓度在0.02～1.0mg/kg范围内，回收率为81%～103%。

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。

本标准由中国进出口商品检验技术研究所负责起草。

本标准主要起草人舒月明、温可可、潘健恭。