出口粮谷中克瘟散残留量检验方法

Method for the determination of edifenphos residues in cereals for export

SN 0494—95

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口粮谷中克瘟散残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口糙米中克瘟散残留量的检验。

2抽样和制样

2.1 检验批

以不超过4000袋(200t)为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同特征，如包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2 抽样数量

抽样数量按式(1)计算：

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

式中：N—全批袋数；

a—抽样袋数。

注：a值取整数，小数部分向前进位为整数。

2.3 抽样工具

2.3.1 金属单管取样器：全长55cm(包括手柄)，直径1.5cm，沟槽长度应超过袋对角线长度的一半。

2.3.2 取样铲。

2.3.3 分样板。

2.3.4 样品筒(袋)：可密封。

2.3.5 分样布或适用铺垫物。

2.4 抽样方法

2.4.1 倒包抽样

从堆垛的各部位随机抽取2.2规定的应抽样件数的10%(每批一般不少于3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，提起约成45°倾角，倒拖1m以上，使袋内货物全部倒出，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，立即将样品倒入盛样器内。每袋抽取样品数量应基本一致。

2.4.2 袋内抽样

按2.2规定的应抽样袋数的90%，在堆垛四周的上、中、下各层以曲线形走向随机抽取。将取样器(2.3.1)管槽朝下，从每袋一角依斜对角方向插入袋内，然后将管槽转朝上，抽出取样器，立即将样品倒入盛样容器内。每袋抽取样品数量应与2.4.1条基本一致。

每批样品总量应不少于4kg。

2.4.3 大样缩分

集中袋内和倒包抽样所取全部样品，倒于分样布上，用分样板按四分法缩分出样品不少于2kg，加封后标明标记并及时送交实验室。

2.5 试样制备

将样品按四分法缩分至1 kg，全部磨碎并通过20目筛，混匀，均分成两份，装入洁净的容器内，密封，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残留物含量发生变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

糙米中残留的克瘟散采用丙酮提取，提取液经与石油醚液一液分配，再以弗罗里硅土层析柱净化，用配有火焰光度检测器的气相色谱仪测定，外标法定量。

3.2 试剂和材料

除特殊规定外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

3.2.1 丙酮。

3.2.2 石油醚。

3.2.3 乙酸乙酯。

3.2.4 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，冷却后贮于密封容器中备用。

3.2.5 硫酸钠溶液：2%(m/V)，将20g无水硫酸钠溶于水中，并稀释至1 000mL。

3.2.6 弗罗里硅土：层析用，80～100目，650℃灼烧4h，用前在130℃活化3 h，加3%(m/m)水脱活，冷却后贮于密封容器中备用。

3.2.7 克瘟散标准品：纯度≥99%。

3.2.8 克瘟散标准溶液：准确称取适量克瘟散标准品，用少量乙酸乙酯溶解，并以乙酸乙酯配制成浓度为1.00mg/mL的标准储备液。根据需要再用乙酸乙酯配制成适用浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪：配有火焰光度检测器，磷滤光片526 nm。

3.3.2 振荡器。

3.3.3旋转蒸发器。

3.3.4 无水硫酸钠柱：7.5 cm×1.5cm(id)，内装5 cm高无水硫酸钠。

3.3.5 玻璃层析柱：25cm×1.5 cm(id)，自下而上依次填装2 cm高无水硫酸钠，10g弗罗里硅土，2cm高无水硫酸钠。使用前用30mL乙酸乙酯预淋洗。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样约20g(精确至0.1g)于具塞锥形瓶中，加入50 mL丙酮，振荡提取30min。将提取液过滤于250mL分液漏斗中，并用30mL丙酮分三次洗涤残渣，洗液并入分液漏斗中。

3.4.2 净化

加入100mL硫酸钠溶液于分液漏斗中，再加入40mL石油醚，振摇3 min，静置分层。收集上层有机相。水相再分别用2×30mL石油醚重复提取两次，合并有机相，经无水硫酸钠柱脱水，收集于蒸发瓶中，于40℃水浴下旋转浓缩至约2 mL。将浓缩液移入玻璃层析柱中，用80mL乙酸乙酯洗脱，收集全部洗脱液于蒸发瓶中。于40℃水浴下旋转浓缩至约1 mL，用乙酸乙酯定容至5.00mL，供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

a. 色谱柱：25 m×0.32mm(id)×0.25μm(膜厚)，OV-17石英毛细管柱；

b. 色谱柱温度：50℃(2min) $\xrightarrow{30\ ℃/min}$ 200℃(1min) $\xrightarrow{20\ ℃/min}$ 280℃(8min)。

c. 进样口温度：270℃；

d. 检测器温度：280℃；

e. 载气、尾吹气：氮气，纯度≥99.99%；载气，20cm/s；尾吹气，40mL/min

f. 氢气：80 mL/min；

g. 空气：100mL/min；

h. 进样方式：不分流进样；

i. 进样量：2 μL。

3.4.3.2 色谱测定

根据试样中被测农药含量情况，选定浓度相近的标准工作液。标准工作液和待测样液中农药的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对标准工作液与样液等体积参插进样测定。在上述色谱条件下，克瘟散的保留时间约为14 min。

3.4.4 空白实验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

3.5 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(2)计算试样中克瘟散残留含量：

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

式中：X—试样中克瘟散含量，mg/kg；

h—样液中克瘟散的色谱峰高，mm；

h_s—标准工作液中克瘟散的色谱峰高，mm；

c—标准工作液中克瘟散的浓度，μg/mL；

V—样液最终定容体积，mL；

m—最终样液所代表的试样量，g。

注：计算结果需将空白值扣除。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法的测定低限为0.04 mg/kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：克瘟散添加浓度在0.04～0.40mg/kg范围内，回收率为80.3%～102.0%。

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吉林进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人年峻、王明泰。