

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口粮谷中杀草强残留量检验的抽样、制样和分光光度测定方法。

本标准适用于出口大米中杀草强残留量的检验。

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：

$$a = \sqrt{N}$$
 ..... (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 单管取样器：不锈钢管，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，然后将管槽旋转朝上，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1kg，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

样品中的杀草强经甲醇提取，树脂净化，硫酸消化，活性炭脱色，显色剂显色，在波长455nm处测定吸光度值，由标准曲线求得其含量。

3.2 试剂

除特殊规定外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水。热水和热试剂溶液均为50℃。

3.2.1 浓硫酸：优级纯，ρ约为1.84g/mL。

3.2.2 硫酸溶液：浓硫酸—水(75+25)。

3.2.3 硫酸洗液，0.75%(V/V)，取1份硫酸溶液(3.2.2)加99份水。

3.2.4 浓氨水冲约为0.90g/L。

3.2.5 氨水：2mol/L。

3.2.6 过氧化氢溶液：30%溶液。

3.2.7 亚硝酸钠溶液：0.5%(m/V)，现用现配。

3.2.8 氨基磷酸铵溶液：5%(m/V)。

3.2.9 N—1—萘替乙二胺盐酸盐溶液：用2mol/L盐酸溶液配制，1%(m/V)，现用现配。

3.2.10 甲醇。

3.2.11 丙酮。

3.2.12 活性炭：于1L烧杯中加入120g粉末状活性炭、100mL水和300mL浓硫酸(3.2.1)，置沙浴上煮沸并搅拌2h。用砂芯漏斗抽滤，并用热水洗至中性。将处理过的炭于130℃烘箱中干燥48h，贮存于密闭容器中备用。

3.2.13 助滤剂：545型硅藻土。

3.2.14 树脂：120型离子交换树脂。将250g树脂装入砂芯玻璃布氏漏斗，加入2L热浓氨水，抽滤，用热水洗至中性。再加入5mol/L热盐酸2L，搅拌、抽滤，用水洗至中性，抽滤2h后贮存于密闭容器中备用。使用过的树脂可按上述步骤再生。

3.2.15 杀草强标准品：纯度≥99%。

3.2.16 杀草强标准储备液：准确称取100.0mg杀草强标准品，加水溶解，定容至500mL，4℃保存。

3.2.17 杀草强标准工作液：使用时将杀草强标准储备液根据需要用水稀释至适当浓度。

3.3 仪器和设备

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 粉碎机。

3.3.3 振荡器。

3.3.4 玻璃砂芯布氏漏斗：孔径90～150μm，直径10cm。

3.3.5 高速均质器。

3.3.6 离心机。

3.3.7 净化柱：300mm×20mm玻璃柱，填有玻璃棉塞。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样约100g(精确至0.1g)置于均质器中，加20g硅藻土、250mL甲醇，高速均质3min。把该混合物转移到500mL离心杯中，于3000r/min离心5min。将上清液通过内装1cm高的硅藻土的砂芯布氏漏斗抽滤，再用150mL甲醇重复提取、离心、抽滤。最后用50mL甲醇冲洗漏斗中的残渣。将合并的提取液转移到锥形瓶中，加入15mL过氧化氢(30%溶液)，于200℃沙浴上煮沸30min，冷至室温。

3.4.2 树脂纯化

于上述锥形瓶中加入30g离子交换树脂，振荡45min。将内容物转入净化柱(3.3.7)中，弃去流出液。用丙酮洗三次，每次30mL，再用水洗四次，每次50mL，弃去洗液。将内容物转回原锥形瓶中，加入50mL水和20mL浓氨水，于200℃沙浴上煮沸30min，立刻转入原净化柱。收集流出液于400mL烧杯中，每次用25mL 2mol/L的氨水依次洗涤锥形瓶和净化柱，共洗四次。洗液用上述烧杯接收，在沙浴上浓缩至20mL后冷却。

3.4.3 净化

在浓缩液中加入5mL硫酸溶液(3.2.2)和两个玻璃珠，盖上表面皿，在200℃沙浴上微沸10min。冷却后加50mL水和0.8g活性炭，盖上表面皿，置于沙浴上煮沸15min。

用铺有滤纸的砂芯布氏漏斗过滤热混合物。滤液收集于400mL烧杯中，用200mL热硫酸洗液(3.2.3)洗涤烧杯和漏斗，再用50mL热水冲洗，合并滤液和洗液，并浓缩至15mL。于该浓缩液加50mL水和0.2g活性炭，重复上述的煮沸、过滤、浓缩。浓缩液冷却后，用水定容至25mL，混匀。

3.4.4 显色测定

将上述定容的25mL试液用滤纸过滤。取两个25mL锥形瓶，分别加入5mL试液、1mL水和3mL硫酸溶液(3.2.2)，混匀。再加入0.5mL亚硝酸钠溶液，混匀。静置40min后，加入0.5mL氨基磷酸铵溶液，立即放入超声浴中30s，并不断用吸管吹气。然后在2min内向其中一瓶中加入0.5mL N—1—萘替乙二胺盐酸盐溶液并搅动；另一瓶中加0.5mL水，混匀，作为空白。两瓶均静置5min以上。然后在25min内，用水作对照，在波长455nm处测两溶液的吸光度，从样品读数中减去空白值。

3.4.5 标准曲线

向一组锥形瓶中分别加入含0、1、2、4、8、16和24μg杀草强标准工作液5mL，然后向每瓶加1mL水、3mL硫酸溶液(3.2.2)，混匀。再加0.5mL亚硝酸钠的溶液，混匀，静置40min。按3.4.4步骤进行显色，测吸光度。以吸光度对杀草强的量作标准曲线。

3.5 结果计算和表述

按式(1)计算样品中杀草强的含量：

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m_0 \cdot V_2}$$
 ..... (1)

式中：X—试样中杀草强的含量， μg/g；

m<sub>0</sub>—试样量，g。

m<sub>1</sub>—从标准曲线上查得样液中杀草强的量，μg；

V<sub>1</sub>—样液最终定容体积(25mL)，mL；；

V<sub>2</sub>—用于显色测定的样液体积(5mL)，mL；

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限。

本方法的测定低限为0.05μg/g。

4.2 回收率

回收率的实验数据：杀草强添加浓度在0.05～0.1μg/g范围内，回收率为93.2%～99.2%。

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烟台进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人陈冰、张宁、孙先同、穆兆纯、王洪兵。