# 出口粮谷中特丁磷残留检验方法

Method for the determination of terbufos residues in cereals for export

SN 0 522—1996

**前言**

本标准是根据GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草和表述规则 第1部分：标准编写的基本规则》及GB/T 0001—1995《出口商品中农药、兽药残留量及生物激素检验方法标准编写的基本规则》的要求进行编写的。其中测定方法参考国内外有关文献，经研究、改进和验证后而制定的。本标准同时制定了抽样和制样方法。

测定部用是根据国际上对粮谷中特丁磷残留量的最高限量和测定方法的灵敏度而制定的。

附录A为提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国青岛进出口商品检验局。

本标准主要起草人：单敏、荣会、王大宁。

## 1 范围

本标准规定了出口粮谷中特丁磷残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口粮米中特丁磷残留量的检验。

## 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

按一批总袋数的平方根(式(1))抽取：

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

式中：a—全批袋数；

N—抽样袋数。

注：a取整数，小数部分有着进位为整数。

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，内槽长度应超过被对角线长度的一半。

2.3.2 取样铲。

2.3.3 分样板。

2.3.4 样品袋(瓶)：可密封。

2.3.5 分样布或适用罐型物。

2.4 抽样方法

2.4.1 侧包抽样：从单袋的各部位随机抽取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适净的桌物上，用平常握袋底角角，提起的或45°倾角，倒取所谷物全部倒出，检查其物的外观、气味、有无发霉、变质等，并查看袋内取袋的品质是否均为，确认情况正常后，用取样铲随机在各部位抽取样品，立即将样品放入盛样容器内，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30%，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）竖槽朝下，从每袋一角倾斜角度向内插入，待槽口对准槽纹时起上，抽出取样器，立即将样品放入盛样容器内，每袋抽取样品数量应相当4.1条款一致。

每批样品总量应不少于4kg。

2.4.3 大样缩分

集中袋内取样所取全部样品，倒于分样布上，用分样板按四分法缩分出样品不少于2kg，置于样品袋内，加封后根相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，均分成两份试样，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发生性状物合量的变化。

## 3 测定方法

3.1 方法提要

粮米中残留的特丁磷采用丙酮—水（7+3）提取，提取液经与乙酸乙酯进一进分配，待吸后，再以0.2—硅镁土净化，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

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

3.2.1 丙酮。

3.2.2 乙酸乙酯。

3.2.3 正己烷。

3.2.4 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，冷却后贮于密闭容器中备用。

3.2.5 氯化钠。

3.2.6 氯化钠溶液：10%（m/V），将100g氯化钠溶于水中，并稀释至1000mL。

3.2.7 PT—硅镁土：层析用（2g）。

3.2.8 特丁磷标准品：纯度≥99%。

3.2.9 特丁磷标准溶液：准确称取适量特丁磷标准品，用少量乙酸乙酯溶解，并以乙酸乙酯配制成浓度为1.00 mg/mL的标准储备液。根据需要再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、铜进光片526nm。

3.3.2 振荡器。

3.3.3 旋转蒸发器。

3.3.4 无水硫酸钠柱：7.5cm×1.5cm(d)，内装5cm高的无水硫酸钠。

3.3.5 玻璃注射器：10mL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取试样20g（精确至0.1g）于250 mL具塞锥形瓶中，加入80mL丙酮—水（7+3），振荡提取30min。将提取液过滤于500mL分液漏斗中。将残渣再用30mL丙酮振荡提取30 min，过滤，合并滤液于上述分液漏斗中。

3.4.2 净化

加入150mL蒸馏水的溶液于上述分液漏斗中，再加入50mL乙酸乙酯，振摇3min，静置分层。收集上层有机相。水相再用50 mL乙酸乙酯重复提取一次，合并有机相。经无水硫酸钠过脱水，收集于具塞锥形瓶，于40℃水浴中旋转蒸馏近干，再用氮气吹扫干，加入1mL正己烷以溶解残渣。

用10 mL正己烷洗涤于一玻璃柱；将珠璃柱上接有PT—硅镁土的玻璃注射器中过柱。用10 mL乙酸乙酯—正己烷（2+1）混合液分两次洗脱，收集全部流出液于具塞锥形瓶中，于40℃水浴中旋转蒸馏至近干，再用氮气吹干。加入2.00 mL乙酸乙酯以溶解残渣，溶液供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件I

a)色谱柱：5m×0.53mm(i.d)×2.65μm(膜厚)，HP—1石英毛细管柱；

b)色谱柱温度：165℃；

c)进样口温度：250℃；

d)检测器温度：270℃；

e)载气、尾吹气：氮气，纯度≥99.995%，载气：3mL/min，尾吹气：30 mL/min；

f)氢气：80 mL/min；

g)空气：100mL/min；

h)进样方式：填充柱进样口进样；

i)进样量：3 μL。

3.4.3.2 色谱条件II

a)色谱柱：25m×0.32mm(i.d)×0.25μm(膜厚)，HP—1701石英毛细管柱；

b)色谱柱温度：50℃(2min) $\xrightarrow{30℃/min}$ 170℃(1min) $\xrightarrow{7℃/min}$ 230℃(1min) $\xrightarrow{8℃/min}$ 280℃(5min)；

c)进样口温度：270℃；

d)检测器温度：280℃；

e)载气、尾吹气：氮气，纯度≥99.995%，载气：20 cm/s，尾吹气：30 mL/min；

f)氢气：80mL/min；

g)空气：100 mL/min；

h)进样方式：无分流进样，2min后开阀；

i)进样量：2 μL。

3.4.3.3 色谱测定

根据试样中被测农药含量情况，选取浓度相近的标准工作溶，标准工作溶和待测样溶中农药的响应值均应在总峰检测的线性范围内，对标准工作溶和样溶等体积外插法样测定，在色谱条件I下，特丁磷的保留时间约为5min，在色谱条件II下，特丁磷的保留时间约为12min。标准品色谱图，见附录A中图A1（色谱条件I）和图A2（色谱条件II）。

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)计算试样中特丁磷残留量：

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

式中：X—试样中特丁磷含量，mg/kg；

h—样溶中特丁磷的色谱峰高，mm；

$h_1$—标准工作溶中特丁磷的色谱峰高，mm；

c—标准工作溶中特丁磷的浓度，μg/mL；

V—样溶最终定容体积，mL；

m—最终样溶所代表的试样量，g。

注：计算结果需将空白值扣除。

## 4 测定限和、回收率

4.1 测定限

本方法的测定限为0.005mg/kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：

特丁磷添加浓度在0.005mg/kg时，回收率为90.0%(条件I)和89.0%（条件II）。

特丁磷添加浓度在0.050mg/kg时，回收率为90.8%(条件I)和90.8%（条件II）。

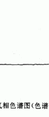
特丁磷添加浓度在0.200mg/kg时，回收率为89.5%(条件I)和87.1%（条件II）。

**附 录 A**

**（提示的附录）**

**标准品气相色谱图**

图A1 特丁磷标准品气相色谱图(色谱条件I)




图A2 特丁磷标准品气相色谱图(色谱条件I)