出口粮谷中除虫脲残留量检验方法

Method for the determination of diflubenzuron residues in cereals for export

SN 0528—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：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》中标准编写的基本规定及SN/T 0001—1 995《出口商品中农药、兽药残留量及生物毒素检验方法标准编写的基本规定》的要求而进行编写的。其中测定方法采用了美国食品药物管理局《农药残留量分析手册》(FDA，"Pesticide Analytical Manual"，Volume II，sec.180.377)中除虫脲残留量分析方法，但在技术内容上稍有改变，经验证后，按规定格式要求作了编辑性修改。同时在标准中制定了抽样和制样方法。

测定依据是根据国际上对粮谷中除虫脲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：中华人民共和国四川进出口商品检验局。

本标准主要起草人：盛毅、袁绍纬。

本标准系首次发布的行业标准。

1 范围

本标准规定了出口粮谷中除虫脲残留量检验的抽样、制样和测样色谱测定方法。

本标准适用于出口大米中除虫脲残留量的检验。

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的特征，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：

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

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 单管取样器：不锈钢管，全长55cm(包括手柄)，直径1.5cm，内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 分样者或适用铺垫物。

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%(每一批一般不少于3袋)，将袋口缝纫全部拆开，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，倒转内容物全部倒出，查看货物的外观、气味、有无虫害、杂质等，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.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。

每批样品总量不少于4kg。

2.4.3 大样缩分

集中袋内抽样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，装入盛样容器内，加封后标明标记并及时送交实验室。

2.5 试样制备

将所取样品中缩分出约1kg，全部磨碎并通过20目筛，混匀后均分成两份，装入清洁的容器内，作为试样，密封，标明标记。

2.6 试样保存

试样于－5℃以下避光保存。

注：在抽样和制样的操作过程中，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

用乙腈提取试样中残留的除虫脲，经正己烷液—液分配净化后，用带紫外检测器的液相色谱仪测定，外标法定量。

3.2 试剂和材料

所用水为蒸馏水。

3.2.1 乙腈：色谱纯，用前脱气。

3.2.2 正己烷：分析纯，重蒸馏。

3.2.3 除虫脲标准品：纯度≥99%。

3.2.4 除虫脲标准溶液：准确称取适量的除虫脲标准品，用乙腈配成浓度为100μg/mL的标准贮备液。根据需要，移取适量的标准贮备液，用乙腈配制成适当浓度的标准工作液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 液相色谱仪：配有紫外检测器。

3.3.2 超声波清洗器。

3.3.3 快速混匀器。

3.3.4 离心机：3000 r/min。

3.3.5 水浴锅。

3.3.6 离心管：10 mL。

3.3.7 离心管：10mL，具塞，带刻度。

3.3.8 尖嘴吸管。

3.3.9 微量注射器：25μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取5g±0.01 g)于10mL离心管中，加入2mL乙腈，混匀提取2min，离心5min。用尖嘴吸管将乙腈提取液转入10 mL刻度离心试管中。再难0用1mL乙腈提取残渣二次。合并乙腈提取液。

3.4.2 净化

在刻度离心试管中加入2mL正己烷，混匀提取2min。放置分层后，用尖嘴吸管将上层正己烷液吸出并弃去。在水浴上(40℃以下)通氮气将净化后的乙腈提取液浓缩近干，用乙腈定容至1.0 mL，离心2min。上清液供液相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 液相色谱条件

a) 色谱柱：ODS—C18，100 mm×4.5mm(i.d)，粒度5μm；

b) 波长：254nm；

c) 流动相：乙腈—水(50+50)，配制后，经0.45μm滤膜抽滤、脱气；

d) 流速：1mL/min；

e) 进样量：20μL

3.4.3.2 液相色谱测定

根据样液中除虫脲含量情况，选定峰面积相近的标准工作溶液，标准工作溶液和样液中除虫脲的响应值均应在仪器检测线性范围内。将标准工作溶液和样液等体积穿插进样测定，在上述色谱条件下，除虫脲保留时间约为7min。标准品色谱图见附录A中图A1。

3.4.4 空白试验

除不称取试样外，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)计算试样中除虫脲残留量：

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

式中：X—试样中除虫脲残留的含量，mg/kg；

A_i—样液中除虫脲的峰面积，mm^2；

A_s—标准工作溶液中除虫脲的峰面积，mm^2；

c—标准工作溶液的浓度，μg/mL；

V—样液最终定容体积，mL；

m—称取的试样量，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0.020 mg/kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：

除虫脲添加浓度在0.02mg/kg时，回收率为90.0%；

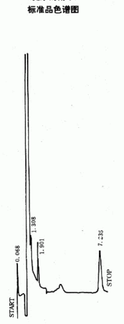
除虫脲添加浓度在0.10 mg/kg时，回收率为96.4%；

除虫脲添加浓度在1.00 mg/kg时，回收率为94.5%。

附 录 A

(提示的附录)

标准品色谱图



图A1 除虫脲标准品色谱图