

**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》及SN/T 0001—1995《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。其中测定方法是参考了国内外有关文献，经研究、改进和验证后制定的。在标准中同时制定了抽样和制样方法。

测定低限是根据国际上对蔬菜及油籽中敌麦丙残留量的最高限量和本标准测定方法的灵敏度而制定的。

本标准附录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。

本标准由中华人民共和国湖南进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人：袁智能、黄志强、彭三和、聂洪勇。

本标准系首次发布的行业标准。

**1 范围**

本标准规定了出口蔬菜及油籽中敌麦丙残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口马铃薯及油菜籽中敌麦丙残留量的检验。

**2 抽样和制样**

2.1 对马铃薯

2.1.1 检验批

以不超过1500件商品为一检验批。

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。

2.1.2 抽样数量

批量，件	最低抽样数，件
1～25	1
26～100	5
101～250	10
251～1500	15

2.1.3 抽样方法

按2.1.2规定的抽样件数，随机抽取，逐件开启。每件至少取500 g作为原始样品，原始样品的总量不少于4kg。装入清洁的容器内，加封后，标明标记并及时送实验室。

2.1.4 试样制备

分取出部分有代表性马铃薯样，每个马铃薯取四分之一，切碎，用四分法缩分出1kg左右。置高速组织捣碎机中，捣碎成果酱状，均分成两份，装入清洁的容器内，作为试样，密封并标明标记。

2.1.5 试样保存

将试样于-18℃冷冻保存。

2.2 对油菜籽

2.2.1 检验批

以不超过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。

2.2.2 抽样数量

按式(1)计算抽样袋数：

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

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。

2.2.3 抽样工具

2.2.3.1 金属单管取样器：全长55cm(包括手柄)，直径1.5～2.5cm，沟槽长度应超过袋对角线长度的一半。

2.2.3.2 取样铲。

2.2.3.3 分样板。

2.2.3.4 盛样器：筒或袋，可密封。

2.2.3.5 分样布或适用的铺垫物。

2.2.4 抽样方法

2.2.4.1 倒包抽样：从堆垛的各部位随机抽取2.2.2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，倒拖约1m，使袋内货物全部倒出。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。每袋抽取样品的量应基本一致。

2.2.4.2 袋内抽样：按2.2.2规定的应抽样件数(扣除倒包抽样件数)，在堆垛四周上、中、下各层以曲线形走向随机按下述方法进行取样：用金属单管取样器(2.2.3.1)槽口朝下，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器内。

每袋所抽取的样品的量应与2.2.4.1基本一致。每批所抽取的样品总量应不少于4kg。

2.2.4.3 大样缩分：合并从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样品至不少于2kg，盛于盛样器内，加封后标明标记，并及时送交实验室。

2.2.5 试样制备

将样品按四分法缩分至1kg，用高速组织捣碎机充分捣碎混匀，均分成两份试样，装入洁净的容器内，作为试样，密封并标明标记。

2.2.6 试样保存

将试样于-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

以甲醇—水混合溶剂提取试样中敌麦丙，提取液经用正己烷和三氯甲烷进行液—液分配净化后，制成丙酮溶液，用配有火焰光度(硫滤光片)检测器的气相色谱仪测定，标准曲线法定量。

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 甲醇。

3.2.2 正己烷。

3.2.3 三氯甲烷。

3.2.4 丙酮。

3.2.5 甲醇—水(9+1)。

3.2.6 氯化钠溶液：10% 水溶液。

3.2.7 敌麦丙标准品：纯度≥99%。

3.2.8 敌麦丙标准溶液：准确称取适量的敌麦丙标准品(精确至0.1mg)，用丙酮溶解配成浓度为100 μg/mL的标准贮备液。再根据需要用丙酮稀释成适当浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配有火焰光度(硫滤光片，394nm)检测器。

3.3.2 快速混匀器或匀浆机。

3.3.3 多功能微量样品处理仪或相当者。

3.3.4 离心机：4000r/min。

3.3.5 微量可调移液管：40～200 μL，200～1000 μL。

3.3.6 离心管：15mL。

3.3.7 微量进样器：10 μL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取约2g试样(精确至0.01g)于15mL离心管中，加入6mL甲醇—水，于快速混匀器匀浆2min，然后以3000 r/min离心2min。将上清液倾入第二支15mL离心管中。再用5mL甲醇—水提取残渣，离心后，提取液并入第二支离心管中。将提取液于60℃浴温浓缩至约2mL。

3.4.2 净化

于第二支离心管中加入1mL氯化钠溶液和3mL正己烷，在快速混匀器上剧烈混合2min。离心2min后，用尖嘴吸管移去正己烷层，并弃去。再用3mL正己烷重复处理一次。加入4mL水，用2×4mL三氯甲烷剧烈混合以从水相中提取敌麦丙。离心3min后，用尖嘴吸管将下层有机相转入第三支离心管中。将提取液于60℃浴温吹干。以0.50 mL丙酮溶解残渣，经离心后，澄清液供气相色谱测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 气相色谱条件

a)色谱柱：石英毛细管柱，农残Ⅱ号柱，30 m×0.53mm(内径)×1.0 μm(膜厚)或相当者；

b)载气：氮气，纯度≥99.99%，5.0 mL/min；

c)尾吹：氮气，纯度≥99.99%，30mL/min；

d)氢气：50 mL/min；

e)空气：90 mL/min；

f)色谱柱温度：180℃；

g)进样口温度：250℃；

h)检测器温度：250℃；

i)进样量：2.0 μL；

j)进样方式：无分流进样。

3.4.3.2 标准曲线的绘制

根据试样中被测农药含量情况，分别等体积地注入5个不同适用浓度系列的敌麦丙标准工作液于气相色谱仪中，按上述色谱条件进行色谱分析，测定峰面积。标准工作液中农药的响应值均应在仪器检测的线性范围内。以峰面积的对数对敌麦丙的浓度绘制标准曲线。在上述色谱条件下，敌麦丙保留时间约为3.4min。标准品色谱图见附录A中图A1。

3.4.3.3 样液测定

准确注入上述等体积的样液于气相色谱仪中，求得峰面积，再从标准曲线上求得样液中敌麦丙的浓度。其响应值应在标准曲线的线性范围之内。

3.4.4 空白试验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

3.5 结果的计算和表述

用色谱数据处理机，或按式(2)计算试样中敌麦丙残留含量：

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

式中：X—试样中敌麦丙残留含量，mg/kg；

c—从标准曲线上求得样液中敌麦丙的浓度，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：计算结果需扣除空白值。

**4 测定低限、回收率**

4.1 测定低限

本方法的测定低限为0.05mg/kg。

4.2 回收率

敌麦丙的添加浓度及其回收率的实验数据：

在马铃薯中：0.05mg/kg时，回收率为94.9%；

0.10mg/kg时，回收率为95.4%；

1.00mg/kg时，回收率为91.0%。

在油菜籽中：0.05mg/kg时，回收率为95.7%；

0.10 mg/kg时，回收率为94.0%；

1.00 mg/kg时，回收率为92.2%。

附 录 A  
(提示的附录)  
标准品色谱图



图 A1 敌麦丙标准品气相色谱图