

出口粮谷中敌敌畏、二嗪磷、倍硫磷、马拉硫磷残留量检验方法	
Method for determination of dichlorovos, diazinon, fenthion, malathion residues in grain for export	
www.bzfxw.com 标准分享网 免费 专业 丰富	
SN 0136—92	
代替ZB B22016—88	
1 主题内容与适应范围	
本标准规定了出口玉米中敌敌畏、二嗪磷、倍硫磷、马拉硫磷残留量的抽样和测定方法。	
本标准适用于出口玉米中敌敌畏、二嗪磷、倍硫磷、马拉硫磷残留量的检验。	
2 抽样和制样	
2.1 检验批	
产地以不超过200t为一检验批，口岸装船前以不超过500t为一检验批。	
同一检验批的商品应具有相同的包装、标记、产地、规格和等级等。	
2.2 样本大小	
2.2.1 袋装	
50件以下抽取5件；	
51～100件抽取10件；	
101～500件抽取42件；	
501～1 000件抽取72件；	
1 000件以上每增50件增抽1件，不足50件按50件计。	
2.2.2 散装	
按粮堆面积分区设点，以50m <sup>2</sup> 为一个抽样小区，每区设中心及四角(距边缘1m处)五个点，每增加一个抽样小区，增加三个点。	
2.3 抽样工具和方法	
2.3.1 抽样工具	
1m或2m长的双套管取样器。	
2.3.2 抽样方法	
2.3.2.1 袋装	
从堆垛的各部位按2.2.1抽取应取件数，抽样袋的点要分布均匀。每袋用取样器从袋口一角向对角插入袋内抽取100～200g样品。将抽取的全部样品混合后，用分样器或四分法缩分出不少于2kg的代表性样品，装入清洁容器中。填写样品标签，注明品名、日期、报验号、申请单位、取样人等，送交实验室。	
2.3.2.2 散装	
按2.2.2设定取样点，逐点抽取100～200g样品。以下按2.3.2.1项内容进行操作。	
2.3.3 实验室样品制备	
用分样器将收到的实验室样品(约2kg)混合均匀，分为两份，一份作为存查样品，另一份继续缩分，分出500g试样，用磨粉机粉碎，通过20筛目，混匀，装入广口瓶中。在试样标签上填明品名、报验号、申请单位、取样人员及日期等，保存在0℃以下，待测。	
注：在抽样和制样的操作中，必须防止样品受到污染和农药残留量含量发生变化，以保证实验室样品能代表全批商	
品。	
3 测定方法	
3.1 方法原理	
用乙腈—水溶液提取试样，加入乙酸锌，消除脂肪，用三氯甲烷萃取，净化，萃取液浓缩定容后，注入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	
3.2.1 乙腈：分析纯，重蒸馏。	
3.2.2 蒸馏水：重蒸馏。	
3.2.3 三氯甲烷：分析纯，重蒸馏。	
3.2.4 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，贮于干燥器中备用。	
3.2.5 乙酸锌：分析纯。	
3.2.6 敌敌畏、二嗪磷、倍硫磷、马拉硫磷标准品：纯度均>99%。	
3.2.7 乙腈—水溶液(1+1)。	
3.2.8 无水硫酸钠溶液(20g/L)：将2g灼烧过的无水硫酸钠(3.2.4)溶于100mL蒸馏水中。	
3.2.9 农药标准溶液：准确称取适量的敌敌畏、二嗪磷、倍硫磷、马拉硫磷标准品(3.2.6)，用三氯甲烷配制成浓度为1 mg/mL的混合标准储备溶液，根据需要再配制成适宜浓度的混合标准工作溶液。	
3.3仪器和设备	
3.3.1 气相色谱仪并配有火焰光度检测器：磷滤光片526nm。	
3.3.2 磨粉机。	
3.3.3组织捣碎机。	
3.3.4 旋转蒸发器。	
3.3.5 振荡器。	
3.3.6 微量注射器：10μL。	
3.3.7 无水硫酸钠柱：筒形漏斗15cm×1.5cm(内径)，内装5cm高无水硫酸钠。	
3.4 测定步骤	
3.4.1 提取	
称取20.0g试样置于具塞锥形瓶中，加乙腈—水溶液(3.2.7)100mL和乙酸锌(3.2.5)0.5g，在振荡器上振荡45min后通过定性滤纸过滤，收集滤液于锥形瓶中。	
3.4.2 净化	
用移液管准确移取50mL滤液于盛有硫酸钠溶液(3.2.8)100mL的分液漏斗中，分别用三氯甲烷(3.2.3)萃取二次，每次50mL，合并萃取液，在53±2℃下，用旋转蒸发器浓缩至10mL左右，将浓缩液通过硫酸钠柱(3.3.7)，用三氯甲烷定容至25mL，供气相色谱测定。	
3.4.3 测定	
3.4.3.1 色谱条件	
a. 色谱柱：玻璃柱，2m×2.6 mm(内径)，填充物为4% (m/m)SE-30+6% (m/m)OV-210涂于ChromQ(80—100筛目)上。	
b. 色谱柱温度：190℃。	
c. 检测器温度：230℃。	
d. 进样口温度：230℃。	
e. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，71mL/min。	
f. 氢气，纯度>99.9%，82.5mL/min。	
g. 空气，47.5mL/min。	
在上述操作条件下，保留时间分别约为：敌敌畏1.6min，二嗪磷4.30min，倍硫磷9.46min；马拉硫磷12.2min。	
3.4.3.2 色谱测定	
用微量注射器准确吸取适量的农药样液注入气相色谱仪，并测量其峰高，用相应的工作曲线估计样液中农药的大约浓度，然后取与样液中农药浓度最相近的标准工作溶液，与样液同时进行色谱测定。	
3.4.4 空白试验：按上述有关步骤进行试剂空白试验。	
3.5 结果计算	
用色谱数据处理机或下列公式计算含量：	
$x = \frac{H_1 \cdot c \cdot V}{H_2 \cdot m}$	
式中：x—农药残留量，mg/kg；	
H <sub>1</sub> —样液中农药峰高，mm；	
H <sub>2</sub> —标准工作溶液中农药峰高，mm；	
c—标准工作溶液中农药浓度)，μg/mL；	
m—所取试样质量，g；	
V—样液定容体积，mL。	
注：计算结果需将空白值扣除。	
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、黑龙江进出口商品检验局负责起草。	
本标准主要起草人王明泰、杨英华、顾学成、许晓村、鲍清泰。	