

1主题内容与适用范围

本标准规定了出口蜂蜜中杀虫脒残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口蜂蜜中杀虫脒残留量的检验。

2抽样和制样

2.1检验批

以不超过1 000件为一个检验批。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、等级等。

2.2抽样数量

批量(件)	最低抽样数<件>
50以内	5
50～100	10
101～500	每增加100，增取5
501以上	每增加100，增取2

2.3抽样工具

2.3.1取样管：不锈钢管，长约115cm，直径约2.5cm。

2.4抽样方法

按2.2规定的抽取件数随机抽取，逐件开启。将取样管缓缓放入，吸取样品，如遇蜂蜜结晶时，则用单套杆插到底，抽取样品。每件抽取样品不少于100g，作为原始样品。将所取样品倾入混样器，混和均匀，装入清洁干燥的样品瓶内，封口后，标明标记并及时送实验室。

2.5试样制备

对未结晶的样品将其用力搅拌均匀，对有结晶析出的样品可将样品瓶盖塞紧后，置于不超过60℃的水浴中温热，俟样品全部融化后搅匀。迅速冷却至室温。在融化时必须注意防止水分挥发。制备好的试样置于样品瓶中，密封，并标明标记。

2.6试样保存

将试样于室温下保存。

注：在抽样和制样的操作过程中，必须防止样品污染或发生残留物含量的变化。

3测定方法

3.1方法提要

蜂蜜中残留的杀虫脒[N—(4—氯—邻甲基)—N’，N’—二甲基甲脒C₁₀H₁₃N₂Cl]在丙酮氢氧化钠溶液中用正己烷提取，提取液经碱—正己烷、酸—正己烷液液分配法净化后，以气相色谱仪氮磷检测器进行检测，以二苯胺作内标进行定量。

3.2试剂和材料

除特殊规定外试剂均为分析纯，水为蒸馏水或相适应的去离子水。

3.2.1丙酮：重蒸馏。

3.2.2正己烷：加碱重蒸馏。

3.2.3氢氧化钠溶液：1mol/L。

3.2.4氢氧化钠溶液：0.5 mol/L。

3.2.5盐酸溶液：0.1 mol/L。

3.2.6内标溶液：二苯胺—正己烷溶液：0.500μg/mL。

3.2.7杀虫脒标准品：纯度>99%。

3.2.8标准溶液配制：称取约40.0mg杀虫脒标准品，精确至0.1 mg，于100mL容量瓶中，用正己烷溶解并定容作为贮备液，浓度为0.400mg/mL。再用正己烷定量稀释并定量加入内标物二苯胺，制得标准工作液。其中杀虫脒浓度约为0.200μg/mL或与样液中杀虫脒浓度相近，二苯胺浓度约为0.500μg/mL。新鲜配制。

3.3仪器和设备

3.3.1气相色谱仪并配有氮磷检测器。

3.3.2积分仪或记录仪。

3.3.3旋转蒸发器。

3.3.4微量注射器：10μL。

3.4测定步骤

3.4.1提取

称取约20g试样，精确至0.1g，于100mL烧杯中，加入30mL1mol/L氢氧化钠溶液，搅拌溶解，再加50mL丙酮，搅匀后倒入250mL分液漏斗中。用数毫升丙酮洗涤烧杯二次，并入上述分液漏斗中，并继续加50mL正己烷，剧烈振摇2min。静置分层后，保留上层正己烷溶液，弃去下层或下层及中层液。

3.4.2净化

将上述正己烷溶液先后以30mL，20mL0.5mol/L氢氧化钠溶液各洗涤一次，弃去氢氧化钠洗涤液。在正己烷中加入20mL0.1mol/L盐酸溶液，剧烈振摇2min，静置分层。将下层盐酸溶液放入另一250mL分液漏斗。于正己烷液中再加入10mL0.1mol/L盐酸溶液，剧烈振摇2min，静置分层，合并盐酸溶液于同一分液漏斗中，并弃去正己烷层。在盐酸溶液中，加入30mL1mol/L氢氧化钠溶液，再加入60mL正己烷，剧烈振摇2min，静置分层。弃去全部水层。将正己烷溶液从分液漏斗上口倒入旋转蒸发器的蒸发瓶内，并用数毫升正己烷洗涤分液漏斗二次，合并洗涤液于同一蒸发瓶内。在45℃水浴中减压浓缩至近干。定量加入1.00mL0.500μg/mL二苯胺—正己烷溶液，溶解残渣，所制成样液供气相色谱测定。

3.4.3测定

3.4.3.1色谱条件

- a. 色谱柱：玻璃柱，2m×3mm(内径)，填充物为6% (m/m)SE—54涂于ChromosorbWHP(80～100目)。或填充物为15% (m/m)SE—30涂于ChromosorbWHP(80～100目)，加0.6% (m/m)KOH；
- b. 氮气：纯度≥99.99%，60mL/min；
- c. 氢气：2.5mL/min；
- d. 空气：170mL/min；
- e. 柱温：198℃；
- f. 进样口温度：250℃；
- g. 检测器温度：250℃；
- h. 伽殊电压：6.8×2 V。

3.4.3.2色谱测定

分别将标准工作溶液、样液注入气相色谱仪，进样量：各2μL。出峰保留时间：二苯胺约为3.8min；杀虫脒约为乙4min。

3.4.4空白试验：除不加试样外，按上述测定步骤进行。

3.5结果的计算及表述

用色谱数据处理机按内标法计算或按下式计算：

$$X=\frac{C_s\cdot A\cdot A_{si}\cdot m_i}{C_{si}\cdot A_i\cdot A_s\cdot m}$$

式中：X—蜂蜜样品中杀虫脒含量，mg/kg；

c_s—标准工作液中杀虫脒浓度，μg/mL；

c_{si}—标准工作液中二苯胺浓度，μg/mL；

A—样液中杀虫脒色谱峰面积，mm²；

A_i—样液中二苯胺色谱峰面积，mm²；

A_s—标准工作液中杀虫脒色谱峰面积，mm²；

A_{si}—标准工作液中二苯胺色谱峰面积，mm²；

m_i—样液中二苯胺总添加量，μg；

m—蜂蜜试样总量，g。

注：计算结果须扣除空白值。

4方法的测定低限、回收率

4.1测定低限

本方法的测定低限为0.005 mg/kg。

4.2回收率

回收率实验数据：

杀虫脒浓度在0.005～0.100mg/kg范围，回收率为89.8%～100.5%。

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上海进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人葛修丽、蔡则慈。

主要参考文献：

Dr. Wiertz, KurzerAbridpderMethode—Chlordimeform inHÖnig。