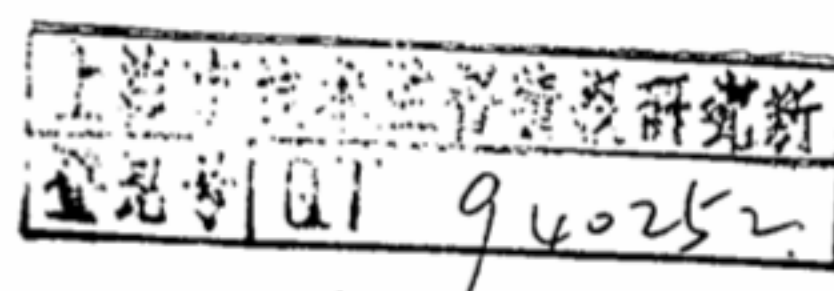


SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0132—92



出口粮谷中对硫磷残留量检验方法

Method for determination of parathion residue
in grain for export

1992-12-25 发布

1993-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口粮谷中对硫磷残留量检验方法

SN 0132—92

Method for determination of parathion residue
in grain for export

代替 ZB B20 014—86

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口荞麦中对硫磷残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口荞麦中对硫磷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

抽样以检验批为单位,每检验批最多不超过 1 500 件。同一检验批内商品应具有同一的特征,如产地、包装、标记、等级、规格等。

2.2 样本大小

50 件及以下抽取 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 以上每增 50 件增抽 1 件,不足 50 件按 50 件计。

2.3 抽样工具和方法

从堆垛不同部位按(2.2)规定的数量抽取包件,用取样器从所抽取包的一角,依斜对角方向插入,抽取等量样品。各包抽取的样品混匀作为原始样品。原始样品的总量不得少于 4 kg,然后缩分出 1 kg 的实验室样品,送交实验室。

2.4 试样的制备

将实验室样品全部去皮,将籽实粉碎至全部通过 20 筛目。用四分法缩分出均匀样品二份(每份 250 g)作为试样。试样应密封并填写标签,注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人。

注:在抽样和制样的操作中,必须防止样品受到污染或使样品发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

试样中加入适量的内标物及活性碳、氧化铝、然后用二氯甲烷提取,提取液蒸干后用丙酮溶解。用带有火焰光度检测器的气相色谱仪测定,内标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 二氯甲烷:分析纯,重蒸馏。

3.2.2 丙酮:分析纯,重蒸馏。

3.2.3 中性氧化铝:层析用,650 ℃灼烧 4 h,贮于干燥器中备用。用前在 120 ℃烘 2 h。

3.2.4 活性碳:层析用,研成粉末,经酸洗,丙酮洗涤后,于 200 ℃ 烘 1 h 备用。

3.2.5 对硫磷和内标物(二噻磷)标准品:纯度 99%以上(如果试样中存在二噻磷,可选择其他内标物)。

3.2.6 对硫磷和内标物的标准溶液:均以丙酮(3.2.2)为溶剂配成 0.100 mg/mL 的标准贮备溶液,使用时稀释成适用浓度的标准工作溶液。

3.2.7 对硫磷和内标物混合标准工作溶液:对硫磷与二噻磷标准溶液(3.2.6)按适当比例混合,用丙酮(3.2.2)稀释配制成适用浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪并配备火焰光度检测器(磷滤光片)。

3.3.2 微量注射器:10 μL。

3.3.3 旋转蒸发器:24 号口。

3.3.4 蒸发瓶:24 号口、250 mL。

3.3.5 锥形瓶(具塞):250 mL。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取及净化

称取 20.0 g 于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 g 中性氧化铝(3.2.3)、1g 活性碳(3.2.4)、40 mL 二氯甲烷(3.2.1)。振荡 30 min,过滤于蒸发瓶中,残渣用 60 mL 二氯甲烷(3.2.1)分 10 次洗涤。洗涤液并入上述蒸发瓶内,然后用旋转蒸发器将二氯甲烷蒸发近干,用约 1 mL 丙酮溶解后,供色谱测定。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

色谱柱 I:玻璃柱,1 m×2.6 mm(内径),填充物为涂有 3%(m/m)OV-17 的 Chromosorb W AW DMCS(80~100 筛目)。

- a. 柱温:190 ℃;
- b. 进样口温度:240 ℃;
- c. 检测器温度:240 ℃;
- d. 载气:高纯氮,纯度>99.99%,100 mL/min;
- e. 氢气:100 mL/min;
- f. 空气:50 mL/min。

色谱柱 II:玻璃柱,2 m×2 mm(内径),填充物为涂有 2.5%(m/m)OV-17+3.3%(m/m)QF-1 的 Chromosorb W AW DMCS(80~100 筛目)。

- a. 柱温:185 ℃;
- b. 进样口温度:220 ℃;
- c. 检测器温度:250 ℃;
- d. 载气:高纯氮,纯度>99.99%,70 mL/min;
- e. 氢气:60 mL/min;
- f. 空气:80 mL/min。

3.4.2.2 色谱测定

取适量样液及其有相近农药浓度的混合标准工作溶液,进行色谱测定。

3.5 空白试验:按上述步骤进行试剂空白试验。

3.6 结果计算

用色谱数据处理机或按下式计算:

$$x = (h/h') \times (h_1'/h_1) \times (c'/c_1') \times (m_1/m)$$

式中: x ——对硫磷残留量,mg/kg;

- h ——样液中对硫磷峰高,mm;
 h' ——标准工作溶液中对硫磷峰高,mm;
 h_1' ——标准工作溶液中内标物峰高,mm;
 h_1 ——样液中内标物峰高,mm;
 c' ——标准工作溶液中农药浓度,ng/ μ L;
 c_1' ——标准工作溶液中内标物浓度,ng/ μ L;
 m_1 ——样液中加入的内标物量, μ g;
 m ——所取试样量,g。

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天津进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人富恩承、郑洪生。

(京)新登字 023 号

SN 0132—92

中华人民共和国进出口商品检验
行 业 标 准
出口粮谷中对硫磷残留量检验方法
SN 0132—92

*
中国标准出版社出版
(北京复外三里河)
中国标准出版社北京印刷厂印刷
版权专有 不得翻印

*
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
1993 年 7 月第一版 1993 年 7 月第一次印刷
印数 1—3 000

*
书号: 155066 · 2-8764 定价 0.90 元



SN0132-1992