

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0139—92

出口粮谷中二硫代氨基 甲酸酯残留量检验方法

Method for determination of dithiocarbamate
residues 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

出口粮谷中二硫代氨基
甲酸酯残留量检验方法

SN 0139—92

代替 ZB B31 015—88

Method for determination of dithiocarbamate
residues in grain for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口玉米中二硫代氨基甲酸酯残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口玉米中二硫代氨基甲酸酯(包括代森锌、福美双等)残留量的检验。

本标准不适用于二硫化碳薰蒸过的玉米。

2 抽样和制样

2.1 检验批

产地以不超过 200 t 为一检验批,口岸装船前以不超过 500 t 为一检验批。

同一检验批内商品应具有同一的特征,如包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 样本大小

2.2.1 袋装

50 件以下,抽取 5 件,不足 5 件者全部抽取;

51~100 件,每增加 10 件增抽 1 件,不足 10 件者以 10 件计;

101~500 件,每增加 100 件增抽 8 件,不足 100 件者以 100 件计;

501~1 000 件,每增加 100 件增抽 6 件,不足 100 件者以 100 件计;

1 001~5 000 件,每增加 100 件增抽 3 件,不足 100 件者以 100 件计;

5 000 件以上,每增加 100 件增抽 1 件,不足 100 件者以 100 件计。

2.2.2 散装

粮堆高度不超过 2 m。按粮堆面积划区设点,每区面积不得超过 50 m²,在中心和距边缘约 1 m 处的四角设五个点。每增加一个抽样区,增设三个点。

2.3 抽样工具和方法

2.3.1 抽样工具

a. 长度 1 m、2 m、3 m 的双套管取样器;

b. 分样器;

c. 盛样器:气密性容器。

2.3.2 抽样方法

a. 袋装从堆垛的各部位按 2.2.1 抽取应取件数,被抽袋要分布均匀。将取样器从袋口一角向对角插入袋内抽取样品。

b. 散装按 2.2.2 设定的抽样点,逐点抽取样品。

2.4 试样的制备

从每件(或每个取样点)抽取等量的、不少于 100 g 的样品,混合后用分样器(或四分法)缩分出不少于 2 kg 的原始样品,装入盛样器内。注明品名、报验号、批号、抽样时间、抽样地点等,并由抽样人封识尽快送交实验室。

当样品送达实验室后应尽快制备试样并进行分析,但如不能马上进行分析,就不要制备试样。试样不用粉碎,混匀后直接按 3.4.1 操作。

2.5 样品保存

样品取回后,不是当日检验,应在密闭容器中冷藏。

注:在抽样和制样的操作中,必须防止样品受到污染和发生任何变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

试样在密闭系统中与还原性酸溶液反应,二硫代氨基甲酸酯被分解,定量释放出二硫化碳,取液上气体用气相色谱法测定二硫化碳含量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 丙酮:分析纯,在测试条件下不含与二硫化碳的色谱峰有干扰的物质。

3.2.2 盐酸溶液(5 mol/L):量取浓盐酸(分析纯)430 mL 稀释至 1 000 mL。

3.2.3 氯化亚锡溶液:溶解 15 g 氯化亚锡(分析纯)于适量盐酸溶液(3.2.2)中并用盐酸溶液稀释至 1 L。

3.2.4 二硫化碳标准溶液:准确称取 0.4~0.6 g 二硫化碳(分析纯,经重蒸馏)于装有少量丙酮的 50 mL 容量瓶内,以丙酮定容。临用前可再用丙酮稀释到适用浓度。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪配备有电子俘获检测器。

3.3.2 顶空瓶:250 mL,可以用 250 mL 血浆瓶,配有丁字胶塞和铝盖代替。

3.3.3 气密性注射器:100~250 μ L。

3.3.4 微量注射器:10~100 μ L。

3.3.5 恒温水浴。

3.4 测定步骤

3.4.1 试样前处理

a. 在试样制备好以后,立即称取试样 25 g 于顶空瓶(3.3.2)中。

b. 向顶空瓶中加入氯化亚锡溶液(3.2.3)100 mL,迅速密封顶空瓶。

c. 将顶空瓶置于 80 ± 2 °C 水浴(3.3.5)中加热 1 h,每隔 15 min 取出用力振摇一次(注意:不要将内容物溅到胶塞上)。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

a. 色谱柱:玻璃柱,2 m \times 2.6 mm(内径),填充物为 20%(m/m)OV-101 涂于 Gas Chrom Q(80~100 筛目)上。

b. 柱温度:60 °C。

c. 进样口和检测器温度:200 °C。

d. 载气:高纯氮,纯度>99.99%,40 mL/min。

3.4.2.2 色谱测定

用气密性注射器(3.3.3)取顶空瓶内气体 10~100 μ L 立即注入气相色谱仪(3.3.1),与含量最近的标准二硫化碳气比较峰高并按第 3.6 计算二硫化碳含量。

3.4.3 标准二硫化碳气的制备

取几个顶空瓶用水代替试样重复 3.4.1 中 a、b 的操作,用微量注射器向各个顶空瓶内注入不同量的二硫化碳标准溶液使其覆盖适当的含量范围,然后进行 3.4.1 中 c 和 3.4.2.2 的操作。

3.5 空白试验

用水代替试样按 3.4.1 和 3.4.2.2 所列步骤进行。

3.6 结果计算

用色谱数据处理机或按下式计算农药残留量:

$$x = \frac{h}{h'} \times \frac{E}{m}$$

式中: x ——样品中二硫代氨基甲酸酯含量(以 CS_2 计), mg/kg ;

h ——试样顶空气中二硫化碳峰高, mm ;

h' ——标准顶空气中二硫化碳峰高, mm ;

E ——制备标准二硫化碳气时向顶空瓶中加入的二硫化碳的质量, μg ;

m ——试样的质量, g 。

注: ① 计算结果需将空白值扣除。

② 二硫代氨基甲酸酯残留量;一般以代森锌量计,一分子代森锌在酸溶液中产生二分子二硫化碳。

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河南、湖北进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人杨冀州、卢康全。