

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口苹果中二硫代氨基甲酸酯残留量的抽样和测定方法。

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

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过1 500件的产品为一检验批。

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

批量，件	最低抽取样，件
25件以下	1
26～100	5
101～250	10
251～1500	15

2.3 抽样工具和方法

从一批货物的各个部位随机选取抽样点，每点抽取不少于500g作为原始样品，原始样品总量不得少于4kg。

2.4试样的制备

原始样品混合后如数量太多，可进行适当缩分，对单个苹果不得进行切割，制样时应除去明显杂质及非食用部分，样品制备完毕后，放入干净的惰性容器(如聚乙烯袋)内，密封，注明品名，报验号、批号、抽样时间、抽样地点、抽样人等，尽快送交实验室。

当接到试样后，应迅速切碎混匀，并立即按3.4.1进行操作。

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干扰的物质。

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

3.2.3 氯化亚锡溶液：溶解15g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1L。

3.2.4 二硫化碳标准溶液：准确称取0.4～0.6g二硫化碳(分析纯，经重蒸馏)于装有少量丙酮的50mL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：250mL，可以用250mL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

3.4.1.1 在试样制备好以后，立即称取试样50g于顶空瓶(3.3.2)中。

3.4.1.2 向顶空瓶中加入氯化亚锡溶液(3.2.3)50mL，迅速密封顶空瓶。

3.4.1.3 将顶空瓶置于80±2℃水浴(3.3.5)中加热1h，每隔15min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，2m×2.5mm(内径)，填充物为20% (m/m)OV-101涂于GasChromQ(80～100筛目)上；

b. 柱温度：60℃；

c. 进样口和检测器温度：200℃；

d. 载气：高纯氮，纯度>99.99%，40mL/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条计算二硫化碳含量。

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3.4.1.1、3.4.1.2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3.4.1.3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CS₂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进出口商品检验局、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。