出口粮谷中三环锡残留量检验方法分光光度法

Method for the determination of cyhexatin residues in cereals for export—Spectrophotometry

SN 0 657—1997

前言

本标准是根据GB/T1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则第1部分：标准编写的基本规定》及SN/T 0001—1995《出口商品中农药、兽药残留量及生物毒素检验方法标准编写的基本规定》的要求进行编写的。其中测定方法是参考国内外有关文献，经研究、改进和验证后而制定的。本标准同时制定了抽样和制样方法。

测定低限是根据国际上对粮谷中三环锡的最高限量和测定方法的灵敏度而制定的。

本标准的附录A为提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁进出口商品检验局。

本标准主要起草人：贾洪祥、宋文斌、白云飞、徐世杰。

本标准系首次发布的行业标准。

1 范围

本标准规定了出口粮谷中三环锡残留量检验的抽样、制样和分光光度测定方法。 本标准适用于出口糙米中三环锡残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批 以不超过4000袋(200t)为一检验批。 同一检验批的商品应具有相同的特征，如包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2 抽样数量 按式(1)计算抽样袋数：

$$a = \sqrt{N} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：a—抽取袋数；

N—全批袋数。

注：a值取整数，小数部分向前进位为整数。

2.3 抽样工具

2.3.1 金属单管抽样器：全长55cm(包括手柄)，直径1.5cm，沟槽长度应超过袋对角线长度的一半。

2.3.2 取样铲。

2.3.3 分样板。

2.3.4 盛样器：样品罐或袋，可密封。

2.3.5 分样布或适用铺垫物。

2.4 抽样方法

2.4.1 倒包抽样：从堆垛的各部位随机抽取2.2规定的应抽取件数的10%(每批一般不少于3袋)，将袋口缝线全部拆开，平置于分样布或其他洁净的铺垫物上，双手紧握袋底两角，提起约成45°倾角倒箱约1m，使袋内货物全部倒出。查看袋内和倒向品质是否均匀。确认情况正常后，用取样铲随机在各部位抽取样品，并立即将样品倒入盛样器内，每袋抽取样品的量应基本一致。

2.4.2 袋内抽样：按2.2规定的应抽袋数的90%，在堆垛四周上、中、下各层以曲线形走向随机抽取。 将取样器(2.3.1)槽口朝下，从每袋一角依斜对角方向插入袋内，然后将管槽旋转向上，抽出取样器，立即将样品倒入盛样器内。每袋抽取样品的量应与2.4.1基本一致。

每批所抽取的样品总量应不少于4kg。

2.4.3 大样缩分 合并从袋内和倒包抽样所取全部样品，倒于分样布上，用分样板按四分法缩分出样品不少于2kg，倒入盛样器内，加封后标明标记，并及时送交实验室。

2.5 试样制备 将样品按四分法缩分至1kg，全部磨碎并通过20目筛，混匀，均分成两份作为试样。分装入洁净容器内，密封，标明标记。

2.6 试样保存 将试样于－5℃以下避光保存。

注：在抽样和制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要 试样中残留的三环锡用正己烷提取，提取液经用乙酸和盐酸净化后，与浓硫酸和浓硝酸一起蒸发至干以分解有机碳。残渣用水溶解后，于溶液中加邻苯二酚紫使与锡离子形成有色配合物，同时加十六烷基三甲基溴化铵，形成三元配合物，以提高测定灵敏度。于分光光度计中测定其吸光度。用标准曲线法定量。

3.2 试剂和材料 除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

3.2.1 正己烷。

3.2.2 十六烷基三甲基溴化铵溶液：5.5mg/mL水溶液。

3.2.3 邻苯二酚紫溶液：称取12mg邻苯二酚紫，加入100 mL水，再加入2mL十六烷基三甲基溴化铵溶液。

3.2.4 抗坏血酸溶液：5%水溶液。

3.2.5 丙酮。

3.2.6 硫酸柠檬酸混合酸溶液：分别取2.5mL浓硫酸、2.5g柠檬酸，用水稀释至100mL。

3.2.7 浓盐酸：ρ≈1.20 g/mL。

3.2.8 浓硫酸：ρ≈1.84g/mL。

3.2.9 浓硝酸：ρ≈1.51 g/mL。

3.2.10 冰乙酸。

3.2.11 锡标准品：纯度≥99.99%。

3.2.12 锡标准溶液

3.2.12.1 锡标准储备液(500 μg/mL)：称取0.2500 g锡标准品，溶于150mL浓硝酸中，用水稀释至500mL。

3.2.12.2 锡标准中间溶液(10 μg/mL)：移取10.00 mL锡标准储备液，加50 mL浓硫酸，加5mL浓硝酸。加热至硫酸冒烟，加浓硫酸至100 mL。冷却至室温，加50 g柠檬酸，用水稀释至500 mL。

3.2.12.3 锡标准工作溶液(0.50 μg/mL)：移取5.00 mL锡标准中间液，用水稀释至100 mL。

3.3 仪器和设备

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 电热板。

3.3.3 振荡器。

3.4 测定步骤

3.4.1 样液的制备

称取约25g试样(准确至0.1g)于具塞锥形瓶中，加入100 mL正己烷，振荡10 min，静置1min，将提取液过滤于分液漏斗中。残渣中再加入2×50 mL正己烷，重复提取两次，合并滤液于上述分液漏斗中。加入10 mL冰乙酸及20 mL浓盐酸，振荡30 s，弃去酸层。重复操作一次。加入5mL丙酮，转入烧坩埚，微热蒸发至无乙酸气味为止。 于上述溶液中加入5mL浓硫酸及适量浓硝酸，加热至无色并蒸发至干。冷却，加5mL水，充分混匀后待测。

3.4.2 测定

3.4.2.1 标准曲线的绘制

分别移取0.0，1.0，2.0，3.0，4.0，5.0 mL锡标准工作液于一组50 mL容量瓶中，分别加入20 mL硫酸柠檬酸混合酸溶液、2mL抗坏血酸溶液及5mL邻苯二酚紫溶液，用水稀释至刻度，放置30 min。 于波长660 nm处，使用3cm比色皿，以试剂空白为参比液测定吸光度，以绘制标准曲线。

3.4.2.2 样液的测定

将样液(3.4.1)转入50 mL容量瓶中，其余步骤按3.4.2.1操作进行，测定其吸光度，在标准曲线上求得样液中锡的浓度，其吸光度值应在标准曲线的线性范围内。

3.4.3 空白试验

除不称取试样外，均按上述测定步骤进行。

3.5 结果计算和表述

按式(2)计算试样中三环锡残留含量：

$$X = 3.245 \times \frac{c \cdot V}{m} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：X—试样中三环锡残留含量，mg/kg；

c—从标准曲线上查得样液中锡的浓度，μg/mL；

V—样液最终定容体积，mL；

m—最终样液所代表的试样量，g；

3.245—将锡(Sn)换算为三环锡($C_{18}H_{54}Sn$)的换算系数。

注：计算结果需扣除空白值。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法的测定低限为0.033mg/kg。

4.2 回收率

糙米中三环锡添加浓度及其回收率的实验数据：

在0.033mg/kg时，回收率为73.7%；

在0.132mg/kg时，回收率为82.1%；

在0.330mg/kg时，回收率为87.7%。

附 录 A

(提示的附录)

标准品吸光度图

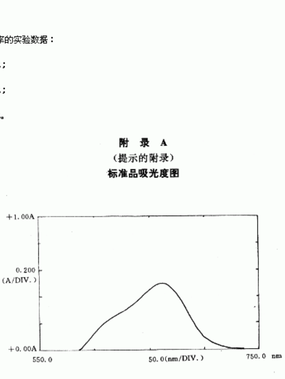

图 A1 锡配合物标准品吸光度图