



中华人民共和国专业标准

ZB B 31015—88

出口苹果、玉米中二硫代氨基甲酸酯 残留量测定方法

Method of determination of dithiocarbamate
residues in apple and corn for export

8-08-18发布

1989-09-01实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国专业标准

出口苹果、玉米中二硫代氨基甲酸酯 残留量测定方法

ZB B 31015—88

Method of determination of dithiocarbamate
residues in apple and corn for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用顶空气相色谱法测定出口苹果、玉米中二硫代氨基甲酸酯残留量的方法。
本标准适用于出口苹果、玉米中二硫代氨基甲酸酯(包括代森锌、福美双等)残留量的测定。
本标准不适用于二硫化碳薰蒸过的玉米。

2 方法原理

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

3 抽样和制样

3.1 苹果的抽样

3.1.1 检验批

以不超过1400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。

3.1.2 抽样数量

批量	最低抽取数
100件以下	5件
101~500件	10件
501~1 000件	20件
1 000件以上	25件

每个抽样点至少取500 g 作为原始样品,批的原始样品总量不得少于4 kg。

3.1.3 样品的制备

从一批货物的各个部位随机选取抽样点,每点抽取一份原始样品,将原始样品混合后即可送交化验室,如样品量太大则可将混合的原始样品适当缩分后送交化验室,但缩分时对单个苹果不得进行切割。样品制备完毕后应放入干净的惰性容器(如聚乙烯袋)密封,注明品名、报验号、批号、抽样时间、抽样地点、抽样员等项,尽快送交化验室。

3.2 玉米的抽样

3.2.1 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。

3.2.2 数量

3.2.2.1 袋装

50件及以下,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。

3.2.2.2 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。

3.2.3 抽样工具和方法

3.2.3.1 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。

3.2.3.2 抽样方法

a. 袋装从堆垛的各部位按3.2.2.1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3.2.2.2设定的抽样点,逐点抽取样品。

3.2.4 样品的制备

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,并由抽样员封识尽快送交化验室。

3.3 试样制备

当样品送达化验室后应尽快制备试样进行分析,但如不能马上进行分析就不要制备试样。

制样时,苹果应除去明显杂质及非食用部分,迅速切碎混匀,并立即按6.2进行操作;玉米样品不用粉碎,混匀后直接按6.2操作。

注:① 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,以保证化验室用试样能代表该批总样。

② 若由于某些原因而采用不同于本规定的方法进行抽取样品,应将实际采用的方法详细记录。

4 试剂

4.1 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。

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

4.3 氯化亚锡溶液:溶解15 g氯化亚锡(分析纯)于适量盐酸(4.2)中并用该盐酸稀释至1 L。

4.4 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,以丙酮稀至50 mL,临用前可再用丙酮稀释到合适浓度。

5 仪器

5.1 气相色谱仪并配有下列装置:

a. 电子俘获检测器;

b. 色谱柱:玻璃柱,2 m×2.6 mm(内径),填充物为20%(m/m)OV-101涂于Cas Chrom Q(80~100

筛目)上,二硫化碳的理论塔板数为300。

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

5.3 气密性注射器:100~250 μ L。

5.4 微量注射器:10~100 μ L。

5.5 恒温水浴。

6 分析步骤

6.1 仪器操作条件(可根据所用仪器等另行优选色谱条件)

- a. 色谱柱温度:60 C;
- b. 进样口和检测器温度:200 C;
- c. 载气:氮,高纯,流量40 mL/min。

6.2 试样前处理

6.2.1 在试样制备好以后,立即称取试样(苹果50 g、玉米25 g)于顶空瓶(5.2)中。

6.2.2 向顶空瓶中加入氯化亚锡溶液(4.3)(苹果加50 mL、玉米加100 mL),迅速密封顶空瓶。

6.2.3 将顶空瓶置于 80 ± 2 C水浴(5.5)中加热1 h,其间每15 min取出用力振摇一次(注意:不要将内容物溅到胶塞上)。

6.3 测定

用气密性注射器(5.3)取顶空瓶内气体10~100 μ L立即注入气相色谱仪(5.1),与含量最相近的标准二硫化碳气比较并按第7章计算二硫化碳含量。

6.4 空白试验

用水代替试样按6.2和6.3所列步骤进行。

6.5 标准二硫化碳气的制备

取几个顶空瓶(5.2)用水代替试样重复6.2.1~6.2.2操作,用微量注射器(5.4)向各个顶空瓶内注射不同量的二硫化碳标准溶液使其覆盖适当的含量范围,然后和试样一起进行6.2.3和6.3的操作。

7 分析结果计算

用数据处理机或按下式计算农药残留量:

$$x = \frac{h}{h^1} \times \frac{E}{m}$$

式中: x ——样品中二硫代氨基甲酸酯的含量(以CS₂计),mg/kg;

h ——试样顶空气中二硫化碳的峰高,mm;

h^1 ——标准顶空气中二硫化碳的峰高,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, μ g;

m ——试样的质量,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河南进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人杨冀州。

本标准参照采用英国农业、水产、食品部农药兽药残留分析方法委员会二硫代氨甲酸酯残留量分析小组经协同试验的报告(Analyst, 1981, Vol. 106, 782~787)。

中华人民共和国
专业标准
出口苹果、玉米中二硫代氨基甲酸酯
残留量测定方法

ZB B 31015—88

*

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
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 000

1989年6月第一版 1989年6月第一次印刷

印数 1—1 500

*

书号: 155066·2-7318 定价 0.50 元

*

标目 110—43