

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1541—2005

出口茶叶中二硫代氨基甲酸酯 总残留量检验方法

Inspection of the total residues of dithiocarbamate
pesticides in tea for export

2005-02-17 发布

2005-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国厦门出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈鹭平、邹伟、吴敏、周昱。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

出口茶叶中二硫代氨基甲酸酯 总残留量检验方法

1 范围

本标准规定了出口茶叶中二硫代氨基甲酸酯总残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口茶叶中二硫代氨基甲酸酯类农药如福美双、福美锌、福美铁、代森锌、代森钠等的总残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 2000 件为一检验批,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

抽样数量见表 1。

表 1 抽样数量

单位为件

批量	最低抽样数量
1~5	1
6~50	2
51~500	11
501~1000	16
1001~1500	17
1501~2000	18

2.3 抽样工具

- a) 取样勺;
- b) 塑料布;
- c) 分样板;
- d) 盛样器:可密封的样品筒或聚乙烯塑料袋。

2.4 抽样方法

从整批产品堆垛的不同部位随机抽取 2.2 规定件数的茶叶,逐件开启并倒出件内茶叶,分别置于聚乙烯塑料布上。用取样铲取代表性样品,每件约取 500 g。集中并充分混匀样品,用四分法反复缩分至约 500 g。将样品装入清洁、干燥的样品筒内,密封,并标明标记,及时送实验室。

2.5 试样制备

将取回的样品磨细至全部通过 20 目筛。混匀,均分成两份,分别装入洁净容器内,作为试样,密封,标明标记。

2.6 试样保存

将试样保存于 4℃ 以下、避光保存。

在抽样和制样的操作过程中,应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

试样在密闭系统中与还原性酸溶液反应,含二硫代氨基甲酸酯的物资被分解,定量释放出二硫化碳,取反应液上方气体用气相色谱法测定二硫化碳含量,外标法定量。

3.2 试剂和材料

除特殊注明外,所有试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

3.2.1 丙酮:经重蒸馏。

3.2.2 浓盐酸。

3.2.3 二硫化碳标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

3.2.4 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

3.2.5 抗坏血酸(维生素 C)。

3.2.6 二硫化碳标准溶液:准确称取适量的二硫化碳(3.2.3),用丙酮(3.2.1)稀释成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液,根据需要,再用丙酮(3.2.1)稀释到适当浓度的标准工作液。

3.2.7 氯化亚锡溶液:溶解 15 g 氯化亚锡(3.2.4)于 430 mL 浓盐酸(3.2.2)中,用蒸馏水稀释至 1000 mL 。

3.3 仪器和设备

3.3.1 配有电子俘获检测器的气相色谱仪。

3.3.2 顶空瓶: 250 mL 。

3.3.3 气密性注射器: $100 \mu\text{L}$ 。

3.3.4 烘箱。

3.4 测定步骤

3.4.1 试样前处理

称取 5.0 g 试样于 250 mL 顶空瓶中,加入 0.3 g 抗坏血酸(3.2.5),再加入 80 mL 氯化亚锡溶液(3.2.7),立即封闭瓶口,置于 80°C 烘箱中加热 2 h ,每隔 30 min 振摇一次(不得将液体溅到瓶盖上)。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱条件

- 色谱柱:HP50+毛细管柱(50%聚二苯基甲基硅氧烷,柱长 30 m ,内径 0.53 mm ,膜厚 $1.0 \mu\text{m}$)。
- 进样口温度: 140°C 。
- 柱温度: 50°C 。
- 检测器温度: 190°C 。
- 载气:氮气,纯度 $\geq 99.99\%$, 2 mL/min ,尾吹 30 mL/min 。

3.4.2.2 色谱测定

用气密性注射器取顶空瓶内气体 $100 \mu\text{L}$,立即注入气相色谱仪,与含量接近的标准二硫化碳气体的保留时间和峰面积作定性和定量比较。样品中二硫化碳的响应值应在仪器检测线性范围之内。在上述条件下,二硫化碳保留时间约为 2.3 min 。

3.4.2.3 标准二硫化碳气体的制备

用 5 mL 水代替试样,加入适当体积的二硫化碳标准溶液(3.2.6),加入 0.3 g 抗坏血酸(3.2.5),再加入 80 mL 氯化亚锡(3.2.7),立即封闭瓶口,置于 80°C 烘箱中加热 2 h ,每隔 30 min 振摇一次(不可将液体溅到瓶盖上),取出,用气密性注射器取顶空瓶内气体 $100 \mu\text{L}$,立即注入气相色谱仪。二硫化碳标准品的气相色谱图见附录 A。

3.5 空白试验

用 5 mL 水代替试样,按 3.4.1 和 3.4.2.2 进行测定。

3.6 结果计算和表述

按色谱数据处理机或按式(1)计算试样中二硫代氨基甲酸酯残留量:

$$X = \frac{A \cdot c \cdot V}{A_s \cdot m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中二硫代氨基甲酸酯总残留含量(以二硫化碳计),单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——样品顶空气中二硫化碳峰面积,单位为平方毫米(mm²);

A_s ——标准顶空气中二硫化碳峰面积,单位为平方毫米(mm²);

c ——二硫化碳标准工作溶液的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——二硫化碳标准工作溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g)。

注 1:计算结果需扣除空白。

注 2:二硫代氨基甲酸酯含量一般以代森锌计,一分子代森锌在酸溶液中释放二分子二硫化碳,即 1.81 mg 代森锌释放出 1 mg 二硫化碳。

4 测定低限和回收率

4.1 测定低限

本方法测定低限(以二硫化碳计)为 0.1 mg/kg。

4.2 回收率

茶叶中福美双添加浓度及其回收率的实验数据:

在 0.10 mg/kg 时,回收率为 86.7%;

在 0.50 mg/kg 时,回收率为 89.0%;

在 1.0 mg/kg 时,回收率为 91.3%。

茶叶中福美铁添加浓度及其回收率的实验数据:

在 0.10 mg/kg 时,回收率为 85.6%;

在 0.50 mg/kg 时,回收率为 91.4%;

在 1.0 mg/kg 时,回收率为 89.5%。

茶叶中福美锌添加浓度及其回收率的实验数据:

在 0.10 mg/kg 时,回收率为 84.5%;

在 0.50 mg/kg 时,回收率为 88.7%;

在 1.0 mg/kg 时,回收率为 85.8%。

茶叶中代森锌添加浓度及其回收率的实验数据:

在 0.10 mg/kg 时,回收率为 85.5%;

在 0.50 mg/kg 时,回收率为 87.4%;

在 1.0 mg/kg 时,回收率为 86.1%。

茶叶中代森钠添加浓度及其回收率的实验数据:

在 0.10 mg/kg 时,回收率为 84.1%;

在 0.50 mg/kg 时,回收率为 86.8%;

在 1.0 mg/kg 时,回收率为 87.7%。

附录 A
(资料性附录)
标准色谱图

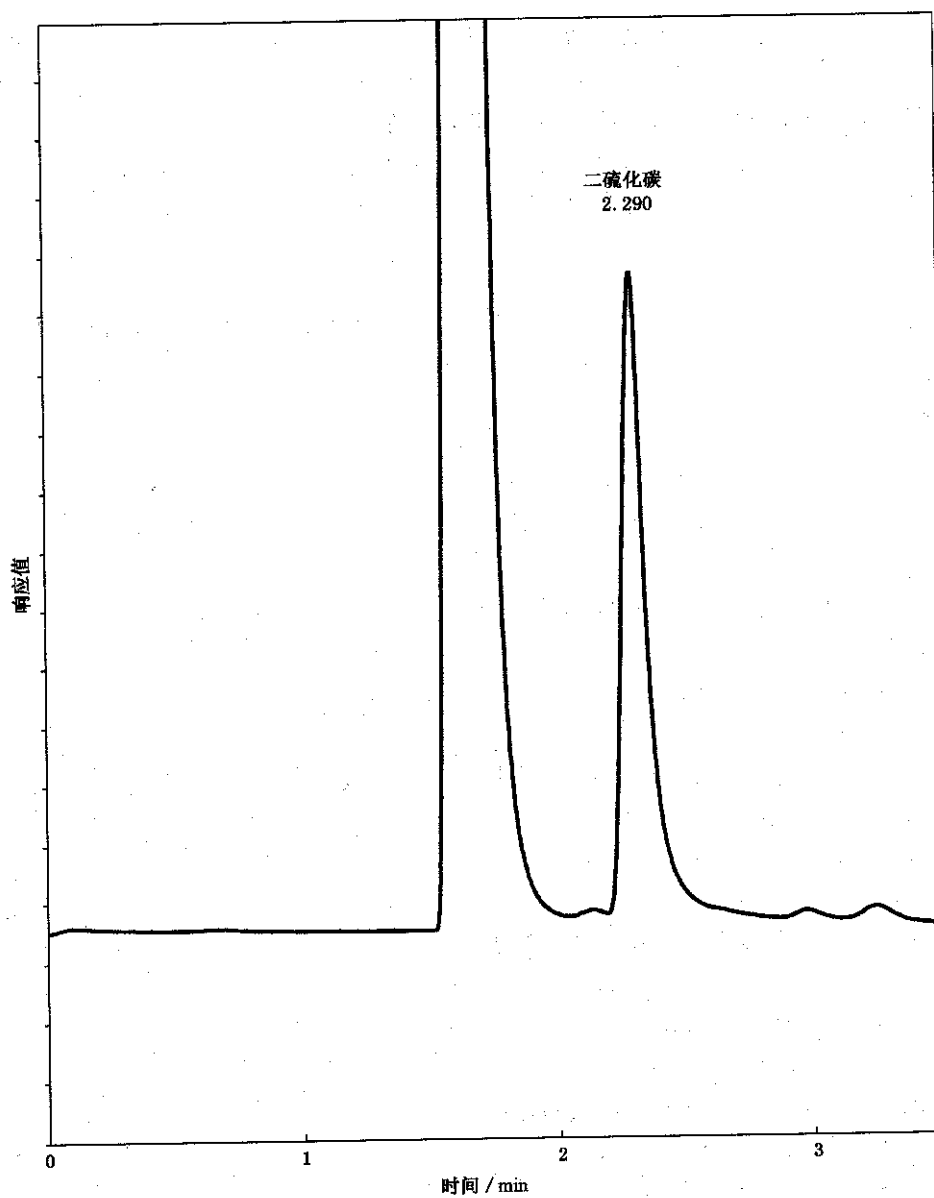


图 A.1 二硫化碳标准品气相色谱图