

9 结果的计算与表述

9.1 计算方法与公式

从标准曲线读取样品溶液中二硫化碳的含量。

二硫化碳的含量 c , 以 mg/kg 表示, 由式(2)得出:

$$c = \frac{m}{m_0} \times \frac{1}{1-w} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m ——从标准曲线上读取的样品溶液中二硫化碳的质量, 单位为毫克(mg);

m_0 ——试样的质量, 单位为克(g);

w ——样品的水分含量, %(质量分数)。

若进行了稀释(见 8.4), 则计算时应予校正。

结果取两次平行测定的平均值, 重复性应满足 9.2 的要求。

9.2 重复性

由同一操作人员同时测定或顺序测定的两个结果之差不应超过平均值的 7.5%。

9.3 换算系数

如果需要, 经换算系数换算后, 以二硫化碳表示的二硫代氨基甲酸酯类农药残留量也可同时表示为具体的二硫代氨基甲酸酯农药的残留量。换算系数如下:

a) 代森锰:1.74;

b) 代森锌:1.81;

c) 丙森锌:1.90。

10 测试报告

测试报告应说明使用的方法和得到的结果, 还应说明本标准未规定的或选项性操作条件, 以及可能对结果产生影响的其他条件。

测试报告应包含样品的唯一性资料。

GB/T 21132—2007/ISO 6466:1983



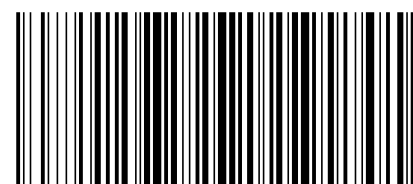
中华人民共和国国家标准

GB/T 21132—2007/ISO 6466:1983

烟草及烟草制品 二硫代氨基甲酸酯 农药残留量的测定 分子吸收光度法

Tobacco and tobacco products—Determination of dithiocarbamate pesticides
residues—Molecular absorption spectrometric method

(ISO 6466:1983, IDT)



GB/T 21132-2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-30355

定价: 10.00 元

2007-10-16 发布

2008-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

6.2 氮气钢瓶,配有流量计和三通阀。

6.3 分光光度计,配 10 mm 石英比色皿,能测定 272 nm、302 nm 和 332 nm 处的吸光度。

7 抽样

按 GB/T 5606.1 或 GB/T 19616 抽取样品。

8 操作步骤

8.1 样品准备

按 YC/T 31 制备试样,测定水分含量。

8.2 称样

称取 5 g 烟末于 250 mL 三颈圆底烧瓶(A)中,精确至 0.01 g。

8.3 蒸馏

加入 2 g 氯化亚锡,50 mL 水,摇动烧瓶使样品完全浸润,立即将烧瓶连接到冷凝管(B)上,冷凝管已预先与装有 20 mL 硫酸(5.1)的气体洗瓶(E)和装有 25 mL 1 mol/L 氢氧化钾(5.2)的气体洗瓶(F)连接。装上蓄水烧瓶(C)和气体导管(D),确保各连接处不漏气。

调节氮气流速为 50 mL/min,通过三通阀和气体导管将氮气通入系统。

加热三颈圆底烧瓶(A)至 30℃~40℃,并至少保持 10 min,以使烧瓶中的试料与氯化亚锡充分混合,并将烧瓶中的氧气赶尽且充满氮气。冷凝应充分,以避免水分进入第一个气体洗瓶(E)中的硫酸中。

向蓄水烧瓶(C)中加入 100 mL 盐酸溶液(5.4)。为避免溶液回冲,调节三通阀使氮气同时与气体导管和蓄水烧瓶相连。调节活塞缓慢地将盐酸溶液加入到三颈圆底烧瓶(A)中。然后调节三通阀使 50 mL/min 的氮气全部通入三颈烧瓶。加热三颈烧瓶至沸,并保持微沸 30 min。

蒸馏 30 min 后,停止加热,拆下气体洗瓶,关闭氮气。将气体洗瓶(F)中的溶液转移至 50 mL 容量瓶中,用水冲洗气体洗瓶(F)和分散管,洗涤液并入容量瓶中。用水定容至刻度,摇匀后静止 15 min。

8.4 分光光度法测定

将前述制备好的溶液倒入 10 mm 石英比色皿中。

以 25 mL 1 mol/L 氢氧化钾溶液(5.2)用水稀释至 50 mL 所得溶液为参比,用分光光度计(6.3)测定溶液在 272 nm、302 nm 和 332 nm 处的吸光度。302 nm 处的吸光度不应大于 0.800,也不应小于 0.100。若 302 nm 处的吸光度大于 0.800,则应将溶液稀释,或减少样品量重新测定;若 302 nm 处的吸光度小于 0.100,则应换用较长光程的石英比色皿。

溶液的校正吸收度 A_{corr} 由式(1)得出:

$$A_{\text{corr}} = A_{302} - \frac{A_{272} + A_{332}}{2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_{272} 、 A_{302} 、 A_{332} 分别为溶液在 272 nm、302 nm 和 332 nm 处的吸光度。

每个样品平行测定两次。

8.5 标准曲线

分别移取 4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL、12.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠标准溶液(5.5),相当于 40 μg~160 μg 的二硫化碳,按 8.3 进行操作,其中烟样用上述标准溶液代替。

按 8.4 测定溶液的吸光度,绘制二硫化碳含量与吸光度的关系曲线。标准曲线重复性较好,所以不必每天绘制,只需每天用一个标准溶液检查即可。

中华人民共和国
国家标准
烟草及烟草制品 二硫代氨基甲酸酯
农药残留量的测定 分子吸收光度法
GB/T 21132—2007/ISO 6466:1983

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2008 年 1 月第一版 2008 年 1 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-30355 定价 10.00 元

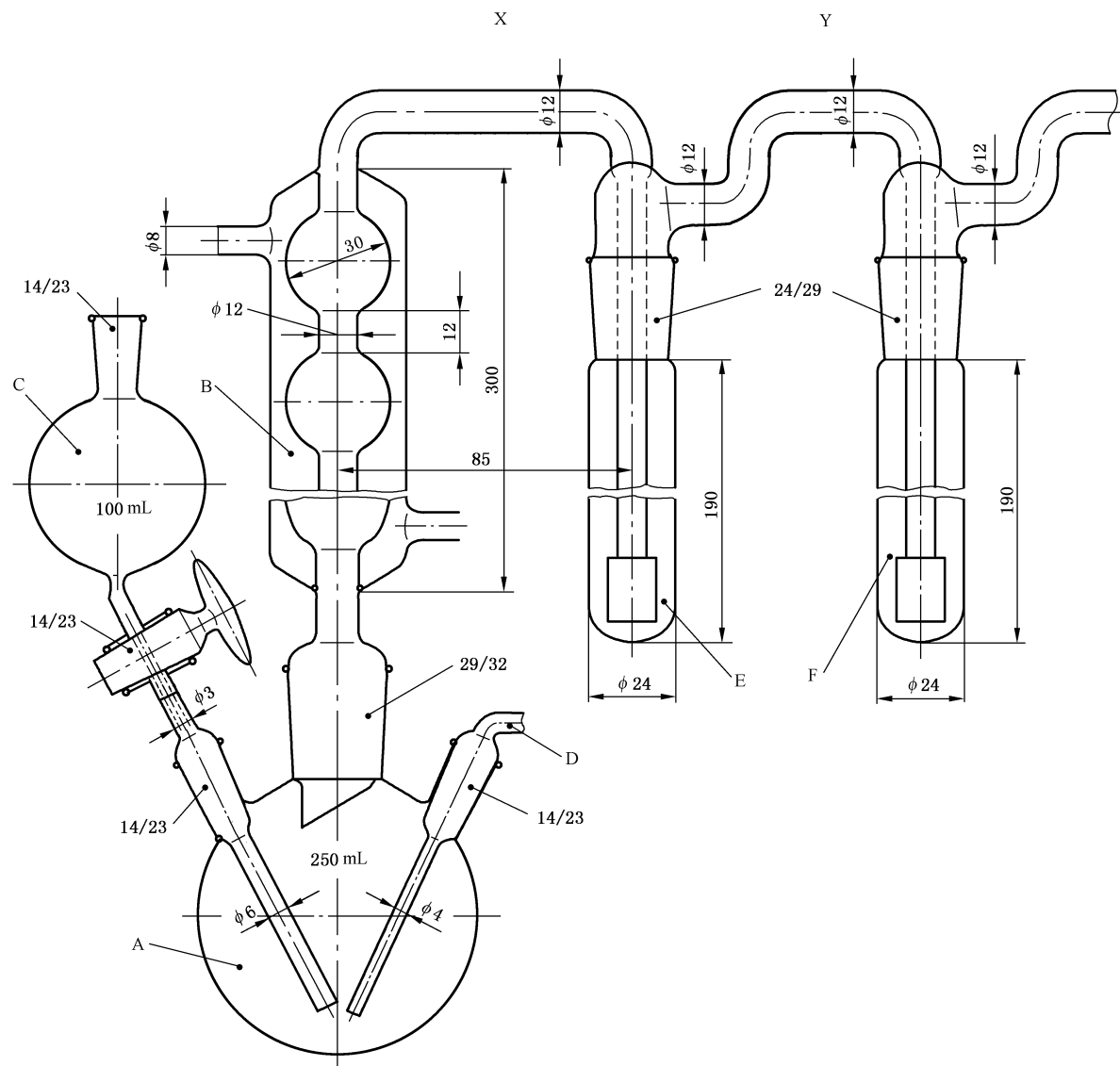
如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

6.1 蒸汽蒸馏装置(见图 1)包括:

- 三颈圆底烧瓶(A), 250 mL;
- 冷凝管(B);
- 蓄水烧瓶(C);
- 氮气导入管(D);
- 气体洗瓶(E和F), 配有烧结玻璃(孔径 160 μm~250 μm)分散管, 用于接收馏出物。

注: 其他接收装置在保证足够效率的前提下也可以使用。

单位为毫米



- A——三颈圆底烧瓶;
- B——冷凝管;
- C——蓄水烧瓶;
- D——气体导管;
- E——气体洗瓶 1;
- F——气体洗瓶 2。

图 1 蒸馏装置

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 6466:1983《烟草及烟草制品 二硫代氨基甲酸酯农药残留量的测定 分子吸收光度法》(英文版)。本标准在技术内容上与 ISO 6466:1983 等同。规范性引用文件采用已经转化为国家标准的国际标准。

本标准由国家烟草专卖局提出。

本标准由全国烟草标准化技术委员会(TC 144)归口。

本标准起草单位:国家烟草质量监督检验中心。

本标准主要起草人:唐纲岭、张威、潘妮琥、缪明明、刘惠民。