

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0353—95

出口粮谷中二硫化碳、四氯化碳、二溴乙烷 残留量检验方法

**Method for the determination of carbon disulfide,
carbon tetrachloride and ethylene
dibromide residues in cereals for export**

1995-05-29 发布

1995-11-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口粮谷中二硫化碳、四氯化碳、二溴乙烷 残留量检验方法

SN 0353—95

Method for the determination of carbon disulfide,
carbon tetrachloride and ethylene
dibromide residues in cereals for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口粮谷中二硫化碳、四氯化碳、二溴乙烷残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口玉米中二硫化碳、四氯化碳、二溴乙烷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

每批数量产地不超过 200 t,口岸不得超过 500 t。

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

2.2.1 袋装商品:

按式(1)计算抽样袋数。

$$a = \sqrt{N} \dots\dots\dots(1)$$

式中: a —— 抽样袋数;

N —— 全批袋数。

注: a 值取整数,小数部分向前进位为整数。

2.2.2 散积商品:

粮堆高度不超过 2 m。按粮堆面积划区设点。以 50 m² 为一个取样区,每区设中心及四角(距边线 1 m处)5 个点。每增加一个取样区,增设 3 个点。

2.3 抽样工具

2.3.1 金属单管取样器:全长 55 cm(包括手柄),直径 2.5 cm,沟槽长度应超过袋对角线长度的一半。

2.3.2 金属双套管取样器:长度 1 m(包括手柄),直径 2.5 cm。

2.3.3 取样铲。

2.3.4 分样板。

2.3.5 样品筒(袋):可密封。

2.3.6 分样布或适用铺垫物。

2.4 抽样方法

2.4.1 袋装抽样

2.4.1.1 倒包抽样:从堆垛的各部位随机抽取 2.2.1 规定的应抽样件数的 10%(每批一般不少于 3

包),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,倒拖 1 m 以上,使袋内货物全部倒出。检查货物的外观、气味、有无发霉、变质等,并查看袋内和袋间品质是否均匀。确认情况正常后,用取样铲随机在各部位抽取样品,每袋抽取样品数量应基本一致,即将样品倒入盛样器内。

2.4.1.2 袋内抽样:按 2.2.1 规定的应抽样件数(扣除倒包抽样件数),在垛堆四周上、中、下各层以曲线走向随机抽取,将取样器(2.3.1)管槽朝下,从每袋一角依斜对角方向插入袋内,然后将管槽旋转朝上,抽出取样器,立即将样品倒入盛样器内。每袋抽取样品数量应与 2.4.1.1 基本一致。

每批样品总量应不少于 4 kg。

2.4.2 散积抽样:按 2.2.2 规定的取样点,逐点将取样器(2.3.2)插入粮堆至相应深度抽取代表性样品。从各点中抽取的样品量应基本一致。每批样品总量应不少于 4 kg。

2.4.3 大样缩分

袋装样品:集中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样品至不少于 2 kg。加封后标明标记并及时送实验室。

散积样品:将抽取的全部样品倒在分样布上,以下按上述袋装样品方法进行。

2.5 试样制备

将所取样品,用分样器或四分法缩分至 1 kg,全部磨碎并通过 20 目筛,混匀,均分成两份,立即装入清洁容器内,密封,标明标记。

2.6 试样保存

将试样在 0℃ 以下保存。

注:① 缩分样品时,操作尽量要快,以防止熏蒸剂的散失。

② 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

试样在蒸馏提取器中与异辛烷和硫酸溶液加热共沸。二硫化碳、四氯化碳、二溴乙烷与异辛烷、水蒸气一起蒸出,经冷却,在蒸馏提取器的收集管中将异辛烷提取液与水分离。提取液经脱水后定容。用配有电子俘获检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 蒸馏水:用前煮沸 20 min,冷却备用。取 300 mL 蒸馏水置于蒸馏提取器(见下图)的烧瓶内,加入 15 mL 异辛烷(3.2.2),按提取步骤(3.4.1)操作。在规定的色谱条件下,取异辛烷提取液 1 μ L 进行色谱测定,应无异辛烷以外的色谱峰。