



中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 405.4—2011

烟草及烟草制品 多种农药残留量的测定 第 4 部分:二硫代氨基甲酸酯农药残留量 的测定 气相色谱质谱联用法

Tobacco and tobacco products—Determination of multi-pesticide residues—
Part 4: Determination of dithiocarbamate pesticides residues—
Gas chromatography-mass spectrometry method

2011-08-02 发布

2011-09-01 实施

国家烟草专卖局 发布

前 言

YC/T 405《烟草及烟草制品 多种农药残留量的测定》共分以下五部分：

——第 1 部分：高效液相色谱-串联质谱法；

——第 2 部分：有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定 气相色谱法；

——第 3 部分：气相色谱质谱联用和气相色谱法；

——第 4 部分：二硫代氨基甲酸酯农药残留量的测定 气相色谱质谱联用法；

——第 5 部分：马来酰肼农药残留量的测定 高效液相色谱法。

本部分为 YC/T 405 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由国家烟草专卖局提出。

本部分由全国烟草标准化技术委员会卷烟分技术委员会(SAC/TC 144/SC 1)归口。

本部分起草单位：国家烟草质量监督检验中心、中国烟草总公司郑州烟草研究院、中国烟草标准化研究中心、红塔烟草(集团)有限责任公司、湖北中烟工业有限责任公司。

本部分主要起草人：边照阳、张洪非、胡斌、唐纲岭、刘惠民、李雪、蔡君兰、陆舍铭、沈军。

烟草及烟草制品 多种农药残留量的测定

第4部分:二硫代氨基甲酸酯农药残留量的测定 气相色谱质谱联用法

1 范围

YC/T 405 的本部分规定了烟草及烟草制品中二硫代氨基甲酸酯农药残留量的气相色谱质谱联用测定法。

本部分适用于烟草及烟草制品中二硫代氨基甲酸酯农药残留量的测定。本方法检出限为 0.005 mg/kg,定量限为 0.017 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

YC/T 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

3 原理

粉碎后的样品置于密闭系统中,在加热、超声条件下与还原性酸溶液反应,二硫代氨基甲酸酯被分解,定量释放出的二硫化碳被异辛烷吸收,取异辛烷层用气相色谱质谱联用法(GC-MS)测定二硫化碳含量,以二硫化碳含量表示二硫代氨基甲酸酯残留量。

4 试剂

所有试剂应适用于农药残留量分析,并应采用与样品测定(萃取和气相色谱质谱联用法测定)相同的方法做空白试验以检查其纯度,空白溶剂色谱图的基线上应没有影响残留农药测定的峰出现。水应达到 GB/T 6682 一级水的要求。

4.1 异辛烷,农残级。

4.2 二硫化碳溶液,标准品。

4.3 氯化亚锡(SnCl_2)。

4.4 盐酸溶液(5.0 mol/L):在通风橱中,将 430 mL 发烟盐酸(质量分数为 37 %)缓慢加入到 500 mL 水中,并搅拌,然后用水稀释至 1 L。

4.5 氯化亚锡溶液(1.5%,质量分数):加热溶解 15 g 氯化亚锡(4.3)于适量盐酸溶液(4.4)中,并用盐酸溶液(4.4)定容至 1 000 mL,然后加入少量锡粒。该溶液在 0 °C~4 °C 冰箱内密封存放,有效期为半个月。

4.6 二硫化碳标准储备液:用异辛烷(4.1)稀释二硫化碳标准品(4.2),得到浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的二硫化碳标准溶液。该溶液在 0 °C~4 °C 冰箱内密封存放,有效期为 3 个月。