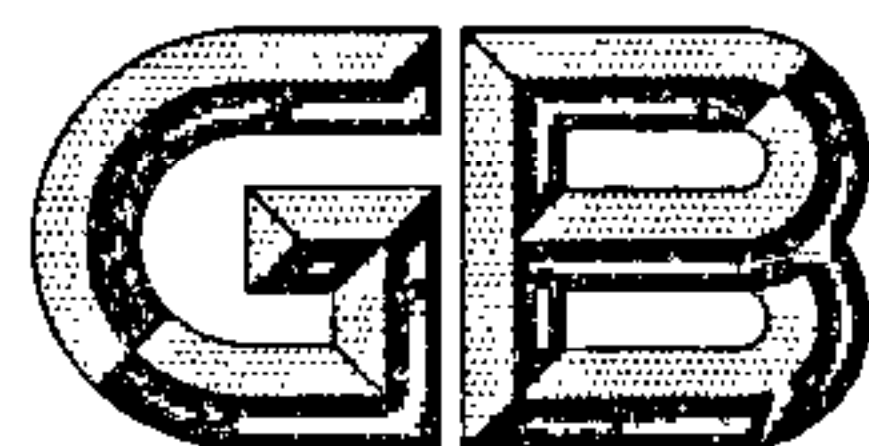




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.144—2003
代替 GB/T 17330—1998

植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定

Determination of isofenphos-methyl residues
in vegetable foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 17330—1998《食品中甲基异柳磷残留量的测定》。

本标准与 GB/T 17330—1998 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定》；
- 增加了引言；
- 按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位：广东省食品卫生监督检验所、中山医科大学测试中心、韶关市卫生防疫站。

本标准主要起草人：黄伟雄、邓峰、高燕红、邱建峰。

原标准于 1998 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

甲基异柳磷,按我国农药毒性分级标准,属高毒杀虫剂,常作为土壤杀虫剂,防治地下害虫。该药已在我国小麦、大豆、花生、甘蔗、甜菜上获得登记。

本标准提供测定植物性食品(粮食、蔬菜、油料作物)中甲基异柳磷残留量的方法。

植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食、蔬菜、油料作物中甲基异柳磷残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜、油料作物中甲基异柳磷残留量的测定。

本标准的检出限:0.004 mg/kg。

本标准线性范围:0 $\mu\text{g/mL}$ ~5.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

2 原理

火焰光度检测器具有高灵敏度、高选择性,广泛应用于含硫、含磷等有机物的测定,试样经提取、净化后,用气相色谱火焰光度检测器检测。通过试样的峰高(面积)与标准品的峰高(面积)比较,计算试样相当的含量。

3 试剂

3.1 乙酸乙酯:重蒸。

3.2 无水硫酸钠。

3.3 丙酮:重蒸。

3.4 活性炭:层析用20目~40目,称取20 g活性炭,用3 mol/L盐酸溶液浸泡过夜,抽滤后,用水洗至无氯离子,在120℃烘干备用。

3.5 弗罗里硅土于620℃灼烧4 h后备用,用前140℃烘2 h,冷却后加5%水减活。

3.6 净化柱:改良酸式滴定管,由下至上加入少量脱脂棉、1 g无水硫酸钠、0.7 g活性炭和4 g弗罗里硅土的混合物、1 g无水硫酸钠。

3.7 甲基异柳磷标准溶液的配制:准确称取甲基异柳磷标准品(isofenphos-methyl,纯度>97%),用丙酮配制成0.1 mg/mL的标准储备液。用丙酮稀释配制成标准使用液(5.0 $\mu\text{g/mL}$)。

4 仪器

4.1 气相色谱仪 具有火焰光度检测器(FPD)。

4.2 电动振荡器。

4.3 组织捣碎机。

4.4 离心机。

4.5 具塞三角锥瓶:150 mL,250 mL。

5 分析步骤

5.1 试样制备

取蔬菜类试样,去掉非可食部分后经组织捣碎机捣碎,制成匀浆。

取粮食、油料作物等试样经粉碎机粉碎,过20目筛制成试样。

5.2 提取

5.2.1 蔬菜(含甜菜、甘蔗)试样:称取5 g蔬菜试样,精确到0.001 g,置于研钵中,加入30 g~100 g无水硫酸钠研磨脱水,转移至250 mL三角锥瓶中,加入60 mL乙酸乙酯(以泡过试样为准),振荡提取30 min,静置后,取上清液30 mL,用氮气或空气吹至近干。

5.2.2 粮食试样:称取约 10 g 粮食试样,精确到 0.001 g,置于 150 mL 三角锥瓶中,加入 40 mL 乙酸乙酯,振荡提取 30 min,将溶液转移至离心管中,离心 10 min (3000 r/min),取上清液 20 mL,用氮气或空气吹至近干。

5.2.3 油料作物(如花生、大豆)试样:称取约 10 g 油料作物试样,精确到 0.001 g,置于 150 mL 三角锥瓶中,加入 50 mL 乙酸乙酯,振荡提取 30 min,将溶液转移至离心管中,离心 10 min (3000 r/min),取上清液 25 mL,用氮气或空气吹至近干。

5.3 净化

将浓缩后试样溶液,转移至柱上净化,用 30 mL 乙酸乙酯淋洗,收集淋洗液,用氮气或空气吹至近干,用丙酮定容至 1 mL,进样。

5.4 气相色谱参考条件

5.4.1 玻璃柱

1 m×3 mm (内径),内装涂有 2%OV-17 固定液的 Chromosorb W (DMCS)80 目~100 目。

5.4.2 气体流速

氮气:30 mL/min;

氢气:70 mL/min;

空气:100 mL/min。

5.4.3 温度

色谱柱:200℃;

进样口、检测器:220℃。

6 测定

6.1 标准曲线绘制

分别吸取甲基异柳磷标准使用液(5.0 μg/mL)0,0.1,0.2,0.4,0.8,2.5,5.0 mL,于 5 mL 容量瓶中,加入丙酮至刻度,即各含量为 0,0.1,0.2,0.4,0.8,2.5,5.0 μg/mL 的标准液系列,分别吸取 1 μL 注入气相色谱仪中,然后以峰面积为纵坐标,以甲基异柳磷的含量为横坐标,绘制标准曲线。

6.2 试样测定

吸取 1 μL 5.3 中的试样液注入气相色谱仪中,通过试样与标准峰面积的比较,用外标法定量。

7 结果计算

试样中甲基异柳磷的含量按下式计算:

$$X = \frac{H \times E_s \times V_2 \times V_3}{H_s \times V_1 \times m}$$

式中:

X——试样中农药的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

E_s ——甲基异柳磷标准的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V_1 ——试样进样体积,单位为微升(μL);

V_2 ——标准进样体积,单位为微升(μL);

V_3 ——最后定容体积,单位为毫升(mL);

H——试样农药峰高,单位为毫米(mm);

H_s ——标准农药峰高,单位为毫米(mm);

m——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示:报告算术平均值的两位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

9 色谱图

见图 1。



图 1 色谱图