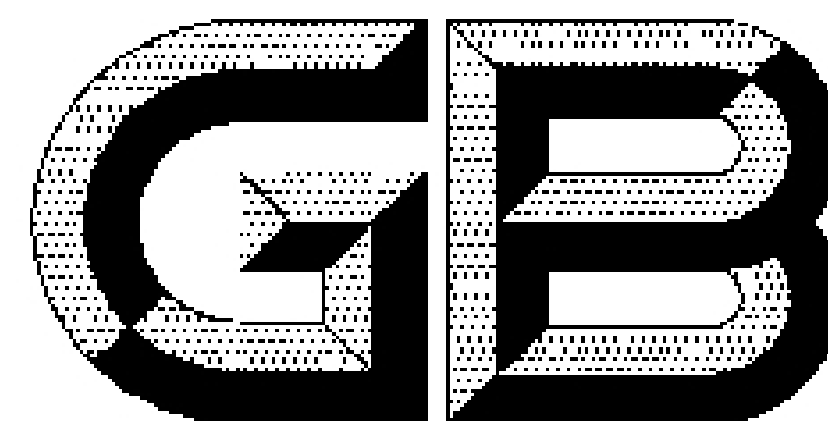




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.131—2003
代替 GB/T 16335—1996

植物性食品中亚胺硫磷残留量的测定

Determination of phosmet residues in vegetable foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 16335—1996《食品中亚胺硫磷残留量的测定方法》。

本标准与 GB/T 16335—1996 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《植物性食品中亚胺硫磷残留量的测定》；
- 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：中国农业科学院、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人：张乔、张临夏、沈在忠、张莹、杨大进。

原标准于 1996 年首次发布，本次为第一次修订。



植物性食品中亚胺硫磷残留量的测定

1 范围

本标准规定了稻谷、小麦、蔬菜中亚胺硫磷残留量的测定方法。

本标准适用于稻谷、小麦、蔬菜中亚胺硫磷残留量的测定。

本标准检出限为 1.50×10^{-11} g。

2 原理

含亚胺硫磷的试样在富氢焰上燃烧,以 HPO 碎片形式,放射出波长 526 nm 的特征光,这种特征光通过滤光片选择后,由光电倍增管接收,转换成电信号,以微电流放大器放大后,被记录下来,试样峰高与标准品的峰高相比,计算出试样相当的含量。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 苯。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 农药标准溶液:准确称取适量亚胺硫磷农药标准品(phosmet),用丙酮配制成储备液,放在冰箱中保存。

3.5 农药标准使用溶液:临用时用丙酮将标准储备液稀释到所需浓度。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:具有火焰光度检测器。

4.2 电动振荡器。

4.3 K-D 浓缩器。

5 分析步骤

5.1 提取和净化

5.1.1 蔬菜:将蔬菜切碎混匀,称取 50 g,放于捣碎杯中,加入 70 mL 丙酮于组织捣碎机上捣碎,抽滤,滤液转移到 500 mL 分液漏斗,加入 250 mL 2% 硫酸钠溶液,用 30, 20, 20 mL 苯萃取,萃取液过无水硫酸钠层,浓缩,定容至 10 mL,进气相色谱分析。

5.1.2 稻谷:脱壳、磨粉,过 20 目筛,混匀。称取 10 g,置于具塞锥形瓶中,加入 40 mL 丙酮,振摇 1 h。抽滤,滤液浓缩,定容至 5 mL,进气相色谱分析。

5.1.3 小麦:将试样磨粉过 20 目筛,混匀。称取 10 g,置于具塞锥形瓶中,加入 40 mL 丙酮,振摇 1 h。抽滤,滤液浓缩,定容至 5 mL,进气相色谱分析。

5.2 色谱条件

5.2.1 色谱柱:玻璃柱,内径 3 mm,长 0.5 m,内装 3%OV-101/Chromosorb W AW DMCS 80 目~100 目。

5.2.2 气流:载气为氮气 70 mL/min,空气 0.7 kg/cm²,氢气 1.2 kg/cm²。

5.2.3 温度:进样口:200℃,柱温:180℃。

5.3 测定

根据仪器灵敏度配制一系列不同浓度的标准溶液,将各浓度的标准液 2 μL ~5 μL 注入气相色谱仪中,根据测得的峰高绘制标准曲线。同时取试样溶液 2 μL ~5 μL 注入气相色谱仪中,测得的峰高与标准品相近的峰高相比,求得试样中农药的含量。

5.4 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{h_2 \cdot A \cdot V_1}{h_1 \cdot V_2 \cdot m}$$

式中:

X ——试样中亚胺硫磷农药含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——被测定标样中亚胺硫磷含量,单位为纳克(ng);

V_1 ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样进样体积,单位为微升(μL);

h_1 ——标准品的峰高,单位为毫米(mm);

h_2 ——试样的峰高,单位为毫米(mm);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

6 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%。

