



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.104—2003
代替 GB 14877—1994

植物性食品中氨基甲酸酯类农药 残留量的测定

Determination of carbamate pesticide 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 14877—1994《食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定方法》。

本标准与 GB 14877—1994 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《植物性食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定》。

——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：卫生部食品卫生监督检验所、天津市食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人：黄光伟、张临夏、田永泉、李明元。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食、蔬菜中六种氨基甲酸酯杀虫剂残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜中速灭威、异丙威、残杀威、克百威、抗蚜威和甲萘威的残留分析。

本标准检出限分别为:0.02,0.02,0.03,0.05,0.02,0.10 mg/kg。

2 原理

含氮有机化合物被色谱柱分离后在加热的碱金属片的表面产生热分解,形成氰自由基($\text{CN}^{\cdot}$),并且从被加热的碱金属表面放出的原子状态的碱金属(Rb)接受电子变成 CN^- ,再与氢原子结合。放出电子的碱金属变成正离子,由收集极收集,并作为信号电流而被测定。电流信号的大小与含氮化合物的含量成正比。以峰面积或峰高比较定量。

3 试剂

3.1 无水硫酸钠:于450℃焙烧4 h后备用。

3.2 丙酮:重蒸。

3.3 无水甲醇:重蒸。

3.4 二氯甲烷:重蒸。

3.5 石油醚:沸程30℃~60℃,重蒸。

3.6 速灭威(tsumacide):纯度≥99%。

3.7 异丙威(MIPC):纯度≥99%。

3.8 残杀威(propoxur):纯度≥99%。

3.9 克百威(carbofuran):纯度≥99%。

3.10 抗蚜威(pirimicarb):纯度≥99%。

3.11 甲萘威(carbaryl):纯度≥99%。

3.12 50 g/L氯化钠溶液:称取25 g氯化钠,用水溶解并稀释至500 mL。

3.13 甲醇-氯化钠溶液:取无水甲醇及50 g/L氯化钠溶液等体积混合。

3.14 氨基甲酸酯杀虫剂标准溶液的配制:分别准确称取速灭威、异丙威、残杀威、克百威、抗蚜威及甲萘威各种标准品,用丙酮分别配制成1 mg/mL的标准储备液。使用时用丙酮稀释配制成单一品种的标准使用液(5 μg/mL)和混合标准工作液(每个品种浓度为2 μg/mL~10 μg/mL)。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:附有FTD(火焰热离子检测器)。

4.2 电动振荡器。

4.3 组织捣碎机。

4.4 粮食粉碎机:带20目筛。

4.5 恒温水浴锅。

4.6 减压浓缩装置。

4.7 分液漏斗:250 mL,500 mL。

4.8 量筒:50 mL,100 mL。

4.9 具塞三角烧瓶:250 mL。

4.10 抽滤瓶:250 mL。

4.11 布氏漏斗:φ10 cm。

5 试样的制备

取粮食经粮食粉碎机粉碎,过20目筛制成粮食试样。取蔬菜去掉非食部分后剁碎或经组织捣碎机捣碎制成蔬菜试样。

6 分析步骤

6.1 提取

6.1.1 粮食试样:称取约40 g粮食试样,精确至0.001 g,置于250 mL具塞锥形瓶中,加入20 g~40 g无水硫酸钠(视试样的水分而定)、100 mL无水甲醇。塞紧,摇匀,于电动振荡器上振荡30 min。然后经快速滤纸过滤于量筒中,收集50 mL滤液,转入250 mL分液漏斗中,用50 mL 50 g/L氯化钠溶液洗涤量筒,并入分液漏斗中。

6.1.2 蔬菜试样:称取20 g蔬菜试样,精确至0.001 g,置于250 mL具塞锥形瓶中,加入80 mL无水甲醇,塞紧,于电动振荡器上振荡30 min。然后经铺有快速滤纸的布氏漏斗抽滤于250 mL抽滤瓶中,用50 mL无水甲醇分次洗涤提取瓶及滤器。将滤液转入500 mL分液漏斗中,用100 mL 50 g/L氯化钠水溶液分次洗涤滤器,并入分液漏斗中。

6.2 净化

6.2.1 粮食试样:于盛有试样提取液的250 mL分液漏斗中加入50 mL石油醚,振荡1 min,静置分层后将下层(甲醇氯化钠溶液)放入第二个250 mL分液漏斗中,加25 mL甲醇-氯化钠溶液于石油醚层中,振摇30 s,静置分层后,将下层并入甲醇-氯化钠溶液中。

6.2.2 蔬菜试样:于盛有试样提取液的500 mL分液漏斗中加入50 mL石油醚,振荡1 min,静置分层后将下层放入第二个500 mL分液漏斗中,并加入50 mL石油醚,振摇1 min,静置分层后将下层放入第三个500 mL分液漏斗中。然后用25 mL甲醇-氯化钠溶液并入第三分液漏斗中。

6.3 浓缩

于盛有试样净化液的分液漏斗中,用二氯甲烷(50,25,25 mL)依次提取三次,每次振摇1 min,静置分层后将二氯甲烷层经铺有无水硫酸钠(玻璃棉支撑)的漏斗(用二氯甲烷预洗过)过滤于250 mL蒸馏瓶中,用少量二氯甲烷洗涤漏斗,并入蒸馏瓶中。将蒸馏瓶接上减压浓缩装置,于50℃水浴上减压浓缩至1 mL左右,取下蒸馏瓶,将残余物转入10 mL刻度离心管中,用二氯甲烷反复洗涤蒸馏瓶并入离心管中。然后吹氮气除尽二氯甲烷溶剂,用丙酮溶解残渣并定容至2.0 mL,供气相色谱分析用。

6.4 气相色谱条件

6.4.1 色谱柱

色谱柱1:玻璃柱,3.2 mm(内径)×2.1 m,内装涂有2%OV-101+6%OV-210混合固定液的Chromosorb W(HP)80目~100目担体。

色谱柱2:玻璃柱,3.2 mm(内径)×1.5 m,内装涂有1.5%OV-17+1.95%OV-210混合固定液的Chromosorb W(AW-DMCS)80目~100目担体。

6.4.2 气体条件

氮气65 mL/min;空气150 mL/min;氢气3.2 mL/min。

6.4.3 温度条件

柱温190℃;进样口或检测室温度240℃。

6.5 测定

取6.3步骤中的试样液及标准样液各1 μL注入气相色谱仪中,做色谱分析。根据组分在两根色谱柱上的出峰时间与标准组分比较定性;用外标法与标准组分比较定量。

7 结果计算

按下式计算:

$$X_i = \frac{E_i \times \frac{A_i}{A_E} \times 2\,000}{m \times 1\,000}$$

式中:

X_i ——试样中组分 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

E_i ——标准试样中组分 i 的含量,单位为纳克(ng);

A_i ——试样中组分 i 的峰面积或峰高,积分单位;

A_E ——标准试样中组分 i 的峰面积或峰高,积分单位;

m ——试样质量,单位为克(g);

2 000——进样液的定容体积(2.0 mL);

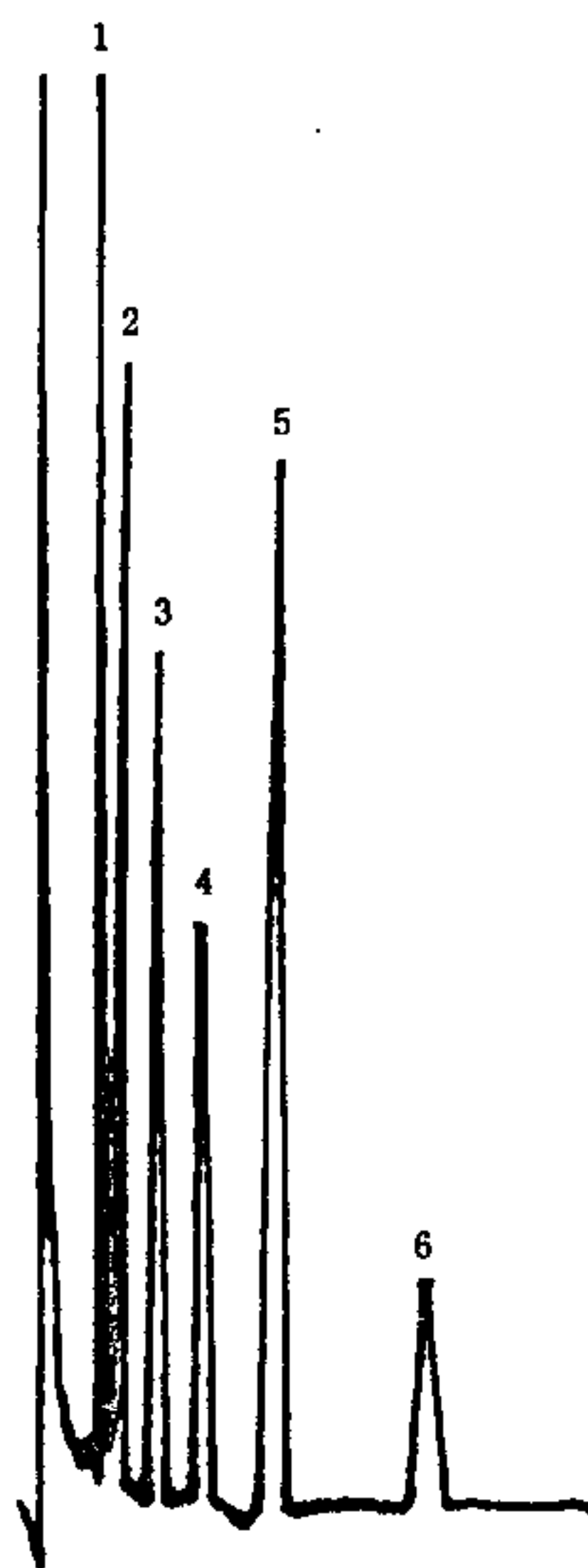
1 000——换算单位。

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 15%。

9 氨基甲酸酯杀虫剂的色谱图

色谱图见图 1。



1——速灭威;

2——异丙威;

3——残杀威;

4——克百威;

5——抗蚜威;

6——甲萘威。

注: 色谱条件: 2%OV-101+6%OV-210/Chromosorb W(HP)80 目~100 目, 2 m 柱; T_c 190℃, T_d 或 T_i 240℃, ATT ×5, Range×0; 氮气 65 mL/min, 空气 150 mL/min, 氢气 3.2 mL/min。

图 1 六种氨基甲酸酯杀虫剂的气相色谱图