



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.107—2003
代替 GB/T 14929.1—1994

植物性食品中二嗪磷残留量的测定

Determination of diazinon 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 14929.1—1994《食品中地亚农(二嗪农)残留量测定方法》。

本标准与 GB/T 14929.1—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《植物性食品中二嗪磷残留量的测定》;
- 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:中国农业科学院分析测试中心、广东省农业科学院植物保护研究所、沈阳化工研究院、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人:张乔、张友松、高成仁、张临夏。

原标准于 1994 年首次发布,本次为第一次修订。

植物性食品中二嗪磷残留量的测定

1 范围

本标准规定了谷物、蔬菜、水果中二嗪磷残留量的测定方法。

本标准适用于使用过二嗪磷农药制剂的谷物、蔬菜、水果等植物性食品的残留量测定。

本标准的检出限为 0.01 mg/kg。

2 原理

含有机磷的试样在富氢焰上燃烧,以氢磷氧碎片的形式,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,经微电流放大器放大后,被记录下来。试样的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 无水硫酸钠。

3.3 二氯甲烷。

3.4 氯化钠。

3.5 二嗪磷(diazinon)标准品。

3.6 二嗪磷标准溶液的制备:用己烷配制成 1 mg/mL 标准贮备液,保存在 4℃ 冰箱中,使用时用己烷稀释成 1 μg/mL 的标准使用液。

4 仪器

4.1 粉碎机。

4.2 组织捣碎机。

4.3 旋转蒸发仪。

4.4 气相色谱仪,附带 FPD。

5 分析步骤

5.1 试样提取

5.1.1 谷物

5.1.1.1 稻米:称取 5 g(精确至 0.001 g)经粉碎过 40 目筛的糙米于 50 mL 具塞锥形瓶中,加 10 mL 丙酮,振摇 30 min,放置过夜,无需净化待测。

5.1.1.2 小麦、玉米:称取 10 g(精确至 0.001 g)粉碎过 40 目筛的小麦、玉米于 100 mL 具塞锥形瓶中,加 30 mL 丙酮,振摇 30 min,放置过夜,经盛有无水硫酸钠的滤纸过滤,取 15 mL 滤液(约 5 g 试样)浓缩至 2 mL,定容待测。

5.1.2 水果、蔬菜:称取 50 g(可食部分)试样(精确至 0.001 g),置组织捣碎机中,加 100 mL 丙酮,捣碎提取 1 min~2 min,抽滤,用丙酮洗涤,滤液与洗涤液合并移至 500 mL 分液漏斗中。

5.2 净化

向 5.1.2 的滤液中加氯化钠使呈过饱和状态,猛烈振摇 2 min~3 min,静置 10 min,使丙酮从水相中盐析出来。水相再用 50 mL 二氯甲烷振摇提取 2 min,静置分层,合并丙酮与二氯甲烷提取液,经

20 g~30 g 无水硫酸钠玻璃漏斗脱水滤入 250 mL 圆底烧瓶中,再以约 40 mL 二氯甲烷洗涤容器和无水硫酸钠,洗涤液合并入提取液中,减压浓缩至 2 mL,定容待测。

5.3 气相色谱测定

5.3.1 色谱条件

5.3.1.1 色谱柱 1: 3 mm(内径)×1.5 m 玻璃柱,装填 2.3% OV-17+3% OV-210/Chromosorb W (AW-DMCS) 80 目~100 目。

温度:柱温 200℃,进样口和检测器 230℃。

流量:载气(氮气)100 mL/min,空气 50 mL/min,氢气 100 mL/min。

保留时间 2 min 16 s。

5.3.1.2 色谱柱 2: 3 mm(内径)×1.5 m 玻璃柱,装填 5% SE-30/Chromosorb W (AW-DWCS)。80 目~100 目。

温度:柱温 200℃,进样口 220℃,检测器 265℃。

流量:载气(氮气)60 mL/min,空气 50 mL/min,氢气 80 mL/min。

保留时间 2 min 5 s。

6 测定

吸取 2 μL~5 μL 各种浓度的标准溶液,分别注入气相色谱仪中,可测得不同浓度二噁磷的峰高,绘制成二噁磷标准曲线,同时取试样液 2 μL~5 μL 注入气相色谱仪中,测得的峰高从标准曲线图中查出相应的含量。

7 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{A \times V_1}{V_2 \times m}$$

式中:

X——试样中二噁磷的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A——进样体积中的二噁磷的含量(标准曲线查出),单位为纳克(ng);

V₁——试样提取液浓缩定容体积,单位为毫升(mL);

V₂——试样进样体积,单位为微升(μL);

m——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

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 20%。
