



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.102—2003
代替 GB 14875—1994

植物性食品中辛硫磷农药残留量的测定

Determination of phoxim 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 14875—1994《食品中辛硫磷农药残留量的测定方法》。

本标准与 GB 14875—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《植物性食品中辛硫磷农药残留量的测定》；

——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、山西省农业科学院植物保护研究所、南京农业大学、新疆农业科学院原子能应用研究所。

本标准主要起草人：沈在忠、张临夏。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中辛硫磷农药残留量的测定

1 范围

本标准规定了谷类、蔬菜、水果中辛硫磷残留量的测定方法。

本标准适用于谷类、蔬菜、水果中辛硫磷农药的残留测定。

本标准检出限为 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(HPO)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,分别记录标准和试样的峰高,以外标法定量试样的含量。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 石油醚。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 活性炭:用 3 mol/L 盐酸浸泡过夜,抽滤,用水洗至中性,在 120℃ 下烘干备用。

3.5 标准品

3.5.1 辛硫磷(phoxim):纯度 $\geq 99\%$ 。

3.5.2 标准溶液的配制:准确称取辛硫磷标准品,用丙酮溶解,配成 1 mg/mL 标准储备液,使用时用丙酮稀释成 1 μ g/mL 的标准使用液,贮藏于冰箱中。

4 仪器

4.1 气相色谱仪,带火焰光度检测器。

4.2 电动振荡器。

4.3 K-D 浓缩器。

4.4 索氏提取器。

4.5 具塞锥形瓶,250 mL。

4.6 分液漏斗,250 mL。

5 试样的制备

取谷物试样,经粉碎机粉碎,过 20 目筛后,制成谷物试样。取蔬菜和水果试样,丢掉非食部分后,切碎或经组织捣碎机捣碎,制成蔬菜或水果试样。

6 分析步骤

6.1 提取和净化

6.1.1 谷物:称取谷物试样 20 g,精确至 0.001 g,置于具塞锥形瓶中,加入 50 mL 石油醚,避光浸提 5 h,抽滤,残渣用 100 mL 石油醚分三次洗涤,合并滤液过无水硫酸钠,于 K-D 浓缩器上浓缩,定容至 5 mL,待气相色谱分析。

6.1.2 蔬菜:称取蔬菜试样 50 g,精确至 0.001 g,置于具塞锥形瓶中,用石油醚-丙酮 1+1 溶液

100 mL避光浸提 12 h,后加 1 g~3 g(根据蔬菜色素含量)活性炭振荡 0.5 h,静置 5 min,抽滤,滤渣用 50 mL 丙酮洗涤,向滤液中加入 100 mL 2%硫酸钠水溶液,用 150 mL 石油醚分三次萃取,合并萃取液,浓缩并定容至 10 mL,待气相色谱分析。

6.1.3 水果:称取水果试样 25 g,加入 1.5 g 活性炭拌匀,用滤纸将试样包好,置于索氏提取器中,加入 120 mL 石油醚-丙酮(1+1),避光浸泡一夜后,在 60℃下回流 4 h,每小时 4 次~5 次,提取液转移到分液漏斗中,加入 30 mL 2%硫酸钠水溶液,振摇,分出石油醚层,水层用 30 mL 石油醚萃取二次,合并石油醚,通过无水硫酸钠,浓缩石油醚层,定容至 5 mL,待气相色谱分析。

6.2 气相色谱分析

6.2.1 气相色谱条件

6.2.1.1 色谱柱:玻璃柱,内径 3 mm,长 1 m,内装 5%OV-101/Chromosorb W. AW. DMCS 80 目~100 目。

6.2.1.2 气流速度:载气(N₂)80 mL/min,空气 60 mL/min,氢气 60 mL/min。

6.2.1.3 温度:柱温 175℃,进样口 185℃,检测器 200℃。

6.2.2 测定

6.2.2.1 定性:以辛硫磷标准品的保留时间定性。

6.2.2.2 定量:用外标法定量。

7 结果计算

按下式计算:

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

式中:

X——试样中辛硫磷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

E_s——注入的标准辛硫磷的量,单位为纳克(ng);

V₁——试样进样体积,单位为微升(μL);

V₂——最后定容体积,单位为毫升(mL);

h₁——标准试样的峰高,单位为毫米(mm);

h₂——试样的峰高,单位为毫米(mm);

m——试样质量,单位为克(g)。

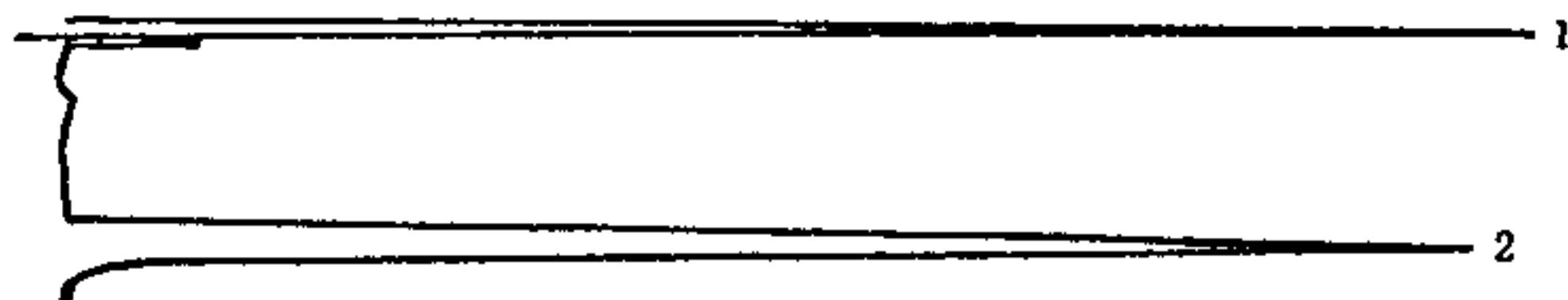
计算结果保留两位有效数字。

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 10%。

9 辛硫磷农药的色谱图

色谱图见图 1。



1——溶剂;

2——辛硫磷。

注:辛硫磷标准品的出峰时间为 4.83 min。

图 1