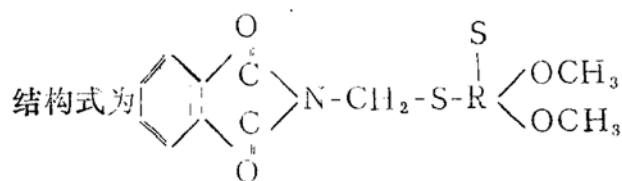


粮食、蔬菜中亚胺硫磷残留分析方法的研究

卫生部食品卫生监督检验所 沈在忠 张临夏

摘要 亚胺硫磷的残留分析方法在国内未见报道。本文建立了亚胺硫磷在粮食、蔬菜上残留分析方法, 本方法省去了柱净化过程, 具有快速、简便的特点。在大米、面粉和蔬菜上, 最低检测浓度为0.30—7.5ppb, 回收率为86.45%~97.14%, 变异系数为0.97%~5.58%。

亚胺硫磷(phosmet)化学名称为0,0-二甲基 S-酞酰亚胺基甲基二硫代磷酸酯。



它是一种广效的杀虫、杀螨剂。亚胺硫磷的残留分析方法国外早已研究, Bowman¹ 用气相色谱法检测亚胺硫磷在谷物中的残留。Zweig² 建立了能够检测棉籽、苜蓿、马铃薯等作物中亚胺硫磷残留分析方法。在我国亚胺硫磷的残留分析方法未见报道, 本文报道了亚胺硫磷残留分析方法在大米、面粉、蔬菜中的应用。

1 实验材料和方法

1.1 仪器和试剂

1.1.1 仪器: Gc-9A带火焰光度检测器, 电动机械振荡机, K-D浓缩器, 以及常用的玻璃仪器。

1.1.2 试剂: 丙酮、苯(分析纯)、无水硫酸钠(分析纯)、亚胺硫磷为农药标准样品, 使用时用丙酮溶解, 定容配成一定浓度的溶液。

1.2 气相色谱条件:

色谱柱: 0.5m×3mmid玻璃柱, 内装3%OU-101/Chromosorb W. AW. DMCS 80-100目。

柱温: 200℃, 进样口和检测器温度230℃ 载气流速, 70ml/min, 空气0.7kg/cm², 氢气1.2 kg/cm²衰减, 4, 纸速 2.5mm/min。

1.3 分析步骤:

1.3.1 大米: 称取磨碎过20目筛的大米10g, 置于250ml具塞锥形瓶中, 加入40ml 丙酮, 振摇1h, 过滤, 滤液浓缩定容至5ml, 待气相色谱分析。

1.3.2 面粉: 称取面粉10g, 置于250ml 具塞锥形瓶中, 加入40ml 丙酮, 振摇1h, 过滤, 滤液浓缩定容至5ml, 待气相色谱分析。

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

4 检测和结果计算:

将标准溶液配成一系列浓度, 吸取2—μl进气相色谱, 制作标准曲线, 再吸取2—5 μl样品, 进气相色谱检测。采用外标法定量, 计算公式如下:

$$X = \frac{h_2 \cdot E_s \cdot V_2}{h_1 \cdot V_1 \cdot m} \quad (\text{下转37页})$$

(11) Theodore C. Rains, Theress A. Rush, J. AO AC, 1982, 65:994—998。

(12) J. R. Andersen, The Analyst, 1986, 111:721—722。

(13) Marvin J. Fishman, Cary R. Perryman, J. AOAC, 1986, 69:704—708。

(14) D. A. Mohammed, The Analyst, 1987, 112: 209。

(15) GB 9684 不锈钢食具容器卫生标准

(上接35页)