

中华人民共和国国家标准
食品中甲基异柳磷残留量的测定 GB/T 17330—1998
Determination of isofenphos- methyl residues in foods

前 言

甲基异柳磷,按我国农药毒性分级标准,属高毒杀虫剂,常作为土壤杀虫剂,防治地下害虫。该药已在我国小麦、大豆、花生、甘蔗、甜菜上获得登记。本标准提供测定食品(粮食、蔬菜、油料作物)中甲基异柳磷残留量的方法。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由广东省食品卫生监督检验所负责起草;中山医科大学测试中心、韶关市卫生防疫站参加起草。

本标准主要起草人:黄伟雄、邓峰、高燕红、邱建峰。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院负责解释。

1 范围

本标准规定了粮食、蔬菜、油料作物中甲基异柳磷残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜、油料作物中甲基异柳磷残留量的测定,方法检出限 2×10^{-9} g。

若取 5 g 样品,最低检测浓度 0.004 mg/kg。

(面积)比较,计算样品相当的含量。

3 试剂

3.1 乙酸乙酯:重蒸。

3.2 无水硫酸钠

3.3 丙酮:重蒸。

3.4 活性炭:层析用(色层分析)20~40 筛孔,称取 20 g 活性炭 3 mol/L 盐酸溶液浸泡过夜,抽滤后,用水洗至无氯离子,在 120℃烘干备用。

3.5 弗罗里硅土于 620℃灼烧 4 h 后备用,用前 140℃烘 2 h,冷却后加 5% 水灭活。

3.6 净化柱:改良酸式滴定管,由下至上加入少量棉花、1 g 无水硫酸钠、0.7 g 活性炭和 4 g 弗罗里硅土的混合物、1g 无水硫酸钠。

3.7 甲基异柳磷标准溶液的配制:准确称取甲基异柳磷标准品(纯度>97%),用丙酮配制成 0.1mg/mL 的标准储备液。使用丙酮稀释配制成标准使用液(5 μg/mL)。

4 仪器

4.1 气相色谱仪 具有火焰光度检测器(FPD)。

4.2 电动振荡器。

- 4.3 组织捣碎机。
- 4.4 离心机。
- 4.5 具塞三角锥瓶: 150 mL, 250 mL。

5.2 提取

5.2.1 蔬菜(含甜菜、甘蔗)样品: 称取 5 g 蔬菜试样, 精确至 0.001 g, 置于研钵中, 加入 30~100 g 无水硫酸钠研磨脱水, 转移至 250 mL 三角锥形瓶中, 加入 60 mL 乙酸乙酯(以泡过样品为准), 振荡提取 30 min, 静置后, 取上清液 30 mL, 用氮气或空气浓缩至近干。

5.2.2 粮食样品: 称取约 10 g 粮食试样, 精确至 0.001 g, 置于 150 mL 三角锥瓶中, 加入 40 mL 乙酸乙酯, 振荡提取 30 min, 将溶液转移至离心管中, 离心 10 min(3 000 r/min), 取上清液 20 mL, 用氮气或空气浓缩至近干。

5.2.3 油料作物(如花生、大豆)样品: 称取 10 g 油料作物试样, 精确至 0.001 g。置于 150 mL 三角锥瓶中, 加入 50 mL 乙酸乙酯, 振荡提取 30 min, 将溶液转移至离心管中, 离心 10 min(3 000 r/min) 取上清液 25 mL, 经无水硫酸干燥后浓缩至近干。

5.3 净化

将浓缩后的样品溶液, 转移至柱上净化, 用 30 mL 乙酸乙酯淋洗, 收集淋洗液, 用氮气或空气浓缩至近干, 用丙酮定容至 1 mL, 进样。

5.4 气相色谱参考条件

5.4.1 玻璃柱

1 m × 3 mm(内径), 内装涂有 2% OV-17 固定液的 Chromosorb W(DMCS) 80~100 目。

5.4.2 气体流速

氮气: 30 mL/min;

氢气: 70 mL/min;

空气: 100 mL/min。

5.4.3 温度

色谱柱: 200 °C;

进样口、检测器: 220 °C。

5.5 测定

分别吸取 1 μL 标准样液和 5.3 步骤中的试样液注入气相色谱仪中, 通过试样和标准峰高的比较, 用外标法定量。

6 结果

6.1 计算

按式(1)计算。

$$X = \frac{H \times E_s \times V_2 \times V_3}{H_s \times V_1 \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——样品中农药的含量, mg/kg;

E_s ——甲基异柳磷标准的含量, $\mu\text{g/mL}$;

V_1 ——样品进样体积, μL ;

V_2 ——标准进样体积, μL ;

V_3 ——最后定容体积, mL;

H ——样品农药峰高, mm;

H_s ——标准农药峰高, mm;

m ——样品质量, g。

6.2 方法的精密度

添加回收实验中甲基异柳磷的残留水平 0.2, 0.4, 0.8 mg/kg; 其变异系数分别为: 6.6%, 3.6%, 10.5%。

6.3 色谱图

见图 1。



图 1 色谱图

中华人民共和国卫生部 1998- 04- 20 发布

1999- 01- 01 实施

欢迎订阅《预防医学情报杂志》

《预防医学情况杂志》创刊于 1985 年, 是全国公开发行的预防医学类综合性学术期刊, 是“中华预防医学会系列杂志”之一, 本刊坚持办刊宗旨, 为广大卫生防疫、医疗保健、卫生管理、科研教学有关人员提供国内外预防医学领域中的最新信息, 主要刊载有国内外预防医学科研、卫生防病及相关学科研究的新成果、新技术、新方法, 同时还选登有世界卫生组织(WHO)、美国疾病预防控制中心(CDC)预防医学的各种近期专业刊物, 主要栏目有文献综述、论著、国内信息、调查与研究、检验技术与方法、译文集锦、摘译荟萃、专题学术讲座、基层园地等, 栏目丰富、题材广泛, 既强调高水平的学术性, 又体现刊物实用性, 在预防医学学术期刊中确立了自己的个性与风格, 成为预防医学各界同仁喜爱参考的刊物。

本刊为双月刊, 64 页, 每期定价 5.00 元, 全年 30 元, 标准刊号为 ISSN 1006- 4028/CN51- 1276/R。欲订阅者请及时到当地邮局订阅, 邮发代号 62...18。

若错过邮局订阅, 可随时汇款向本刊编辑部补订。

地址: 四川省成都市槐树街 40 号 《预防医学情报杂志》编辑部 邮编: 610031

联系人: 杨丹蓉 电 话: 028- 6633964

E- mail: scwsfyz@public.cd.sc.cn