

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.144—2003
代替 GB/T 17330—1998

植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定

Determination of isofenphos-methyl 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 17330—1998《食品中甲基异柳磷残留量的测定》。

本标准与 GB/T 17330—1998 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《植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定》；

——增加了引言；

——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：广东省食品卫生监督检验所、中山医科大学测试中心、韶关市卫生防疫站。

本标准主要起草人：黄伟雄、邓峰、高燕红、邱建峰。

原标准于 1998 年首次发布，本次为第一次修订。

引 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。

本标准提供测定植物性食品(粮食、蔬菜、油料作物)中甲基异柳磷残留量的方法。

植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定

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。

本标准的检出限:0.004 mg/kg。

本标准线性范围:0 $\mu\text{g/mL}$ ~5.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

2 原理

火焰光度检测器具有高灵敏度、高选择性,广泛应用于含硫、含磷等有机物的测定,试样经提取、净化后,用气相色谱火焰光度检测器检测。通过试样的峰高(面积)与标准品的峰高(面积)比较,计算试样相当的含量。

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20目~40目,称取20g活性炭,用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4h后备用,用前140℃烘2h,冷却后加5%水减活。

3.6 净化柱:改良酸式滴定管,由下至上加入少量脱脂棉、1g无水硫酸钠、0.7g活性炭和4g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(isofenphos-methyl,纯度>97%),用丙酮配制成0.1 mg/mL的标准储备液。用丙酮稀释配制成标准使用液(5.0 $\mu\text{g/mL}$)。

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 分析步骤

5.1 试样制备

取蔬菜类试样,去掉非可食部分后经组织捣碎机捣碎,制成匀浆。

取粮食、油料作物等试样经粉碎机粉碎,过20目筛制成试样。

5.2 提取

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