

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.131—2003
代替 GB/T 16335—1996

植物性食品中亚胺硫磷残留量的测定

Determination of phosmet residues in vegetable foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 16335—1996《食品中亚胺硫磷残留量的测定方法》。

本标准与 GB/T 16335—1996 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《植物性食品中亚胺硫磷残留量的测定》;
- 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、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人:张乔、张临夏、沈在忠、张莹、杨大进。

原标准于 1996 年首次发布,本次为第一次修订。

植物性食品中亚胺硫磷残留量的测定

1 范围

本标准规定了稻谷、小麦、蔬菜中亚胺硫磷残留量的测定方法。

本标准适用于稻谷、小麦、蔬菜中亚胺硫磷残留量的测定。

本标准检出限为 1.50×10^{-11} g。

2 原理

含亚胺硫磷的试样在富氢焰上燃烧,以 HPO 碎片形式,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,以微电流放大器放大后,被记录下来,试样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 苯。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 农药标准溶液:准确称取适量亚胺硫磷农药标准品(phosmet),用丙酮配制成储备液,放在冰箱中保存。

3.5 农药标准使用溶液:临用时用丙酮将标准储备液稀释到所需浓度。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:具有火焰光度检测器。

4.2 电动振荡器。

4.3 K-D 浓缩器。

5 分析步骤

5.1 提取和净化

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

5.1.2 稻谷:脱壳、磨粉,过 20 目筛,混匀。称取 10 g,置于具塞锥形瓶中,加入 40 mL 丙酮,振摇 1 h。抽滤,滤液浓缩,定容至 5 mL,进气相色谱分析。

5.1.3 小麦:将试样磨粉过 20 目筛,混匀。称取 10 g,置于具塞锥形瓶中,加入 40 mL 丙酮,振摇 1 h。抽滤,滤液浓缩,定容至 5 mL,进气相色谱分析。

5.2 色谱条件

5.2.1 色谱柱:玻璃柱,内径 3 mm,长 0.5 m,内装 3%OV-101/Chromosorb W AW DMCS 80 目~100 目。

5.2.2 气流:载气为氮气 70 mL/min,空气 0.7 kg/cm²,氢气 1.2 kg/cm²。

5.2.3 温度:进样口:200℃,柱温:180℃。