



中华人民共和国国家标准

GB/T 18969—2003

饲料中有机磷农药残留量的测定 气相色谱法

**Determination of residues of organophosphorus
in feeds—Gas chromatographic method**

(ISO 14182:1999 Animal feeding stuffs-Determination of
residues of organophosphorus pesticides
—Gas chromatographic method, MOD)

2002-02-21 发布

2003-09-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准修改采用了 ISO 14182:1999《饲料中有机磷农药残留量的测定——气相色谱法》(英文版)。

本标准根据 ISO 14182:1999 重新起草。

考虑到我国国情,本标准与 ISO 14182:1999 主要差异如下:

——根据汉语的习惯对 ISO 14182:1999 的语气、语态、标点符号进行编辑性修改,以便我国使用。

——ISO 14182:1999 的条款 1 和 4.11 中提到的 16 种农药,因农药标准品不易获得,只对其中的五种,即谷硫磷、乐果、乙硫磷、马拉硫磷、甲基对硫磷进行了验证,经验证,本标准也适用于饲料中伏杀磷和蝇毒磷残留量的检测,另外马拉硫磷的检测限也有差异,ISO 14182:1999 为 0.01 mg/kg 而验证结果为 0.05 mg/kg。

——ISO 14182:1999 中的条款 4 的警告:一些有机溶剂可能致癌改为可能影响健康。

——ISO 14182:1999 的条款 11.1 因删除了附录 B 而无保留必要,增加了允许差,使结果表示更直观和方便。

——用 GB/T 14699.1 饲料采样方法代替了 ISO 6419 和 ISO 6498;用 GB/T 6682 代替了 ISO 3696。

——删除了附录 B 和参考文献以免标准过于冗长。

有关技术性差异已编入正文中,并在它们所涉及条款的页边空白处用垂直单线标识。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准由国家饲料质量监督检验中心(北京)负责起草。

本标准主要起草人:高生、赵根龙、饶正华、范理、李丽蓓、赵津京、杨曙明、苏晓鸥。

饲料中有机磷农药残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了利用气相色谱检测动物饲料中有机磷农药残留量的方法。

本标准适用于饲料中有机磷农药残留量的检测。用于检测配合饲料、预混合饲料及饲料原料中谷硫磷、乐果、乙硫磷、马拉硫磷、甲基对硫磷、伏杀磷、蝇毒磷等农药中一种或几种的残留量,各农药的检测限依次为 0.01 mg/kg、0.01 mg/kg、0.01mg/kg、0.05 mg/kg、0.01 mg/kg、0.01 mg/kg、0.02 mg/kg。

注:本方法可能等同应用于虫螨畏和杀螟松等其他有机磷农药,但未做验证。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误内容)或修订版均不适用本标准,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可以使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验用水规格和试验方法(neq ISO 3696)

GB/T 14699.1 饲料采样方法(neq ISO 6419、neq ISO 6498)

3 原理

以丙酮提取有机磷农药,滤液用水和饱和氯化钠(NaCl)溶液稀释。经二氯甲烷萃取,浓缩后用 10%水脱活硅胶层析柱净化。然后用磷选择性检测器进行气谱检测。

4 试剂与材料

仅用分析纯和适合做残留分析纯度的试剂。

通过在相同条件下做空白试验来检查试剂纯度。色谱图上应没有任何杂质峰干扰。

警告:一些有机溶剂可能影响健康,应小心使用。

4.1 水:符合 GB/T 6682 二级用水的规定。

4.2 正己烷。

4.3 丙酮。

4.4 二氯甲烷。

4.5 乙酸乙酯。

4.6 硅胶,用 10%水(质量百分数)脱活。

130 ℃活化粒度为 63 μm~200 μm 的硅胶 60 过夜,在干燥器中冷却至室温后,将硅胶倒入密封的玻璃容器中。加足够蒸馏水使质量百分浓度为 10%。用机械或手用力摇动 30 s,静止 30 min,其间应不时摇动。30 min 后硅胶即可用。此硅胶 6 h 之内必须使用。

4.7 洗脱溶剂:混合二氯甲烷(4.4)与正己烷(4.2)(1+1)。

4.8 惰性气体,如氮气。

4.9 无水硫酸钠。

4.10 饱和氯化钠(NaCl)溶液。

4.11 农药标准品,如下: