

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.109—2003
代替 GB/T 14929.3—1994

柑桔中水胺硫磷残留量的测定

Determination of isocarbophos residues in orange

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 14929.3—1994《柑桔中水胺硫磷残留量测定方法》。

本标准与 GB/T 14929.3—1994 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《柑桔中水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：南京农业大学、黑龙江农业环境保护监测站、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人：季玉玲、王圣田、林国庆。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

柑桔中水胺硫磷残留量的测定

1 范围

本标准规定了柑桔中水胺硫磷残留量的测定方法。

本标准适用于柑桔中水胺硫磷农药的残留量分析。

本方法的检出限为 1.4×10^{-12} g, 检出浓度为 0.02 mg/kg。

2 原理

柑桔试样经硅藻土 545、丙酮捣碎提取, 过滤, 滤液用二氯甲烷萃取, 浓缩, 进带 526 nm 滤光片火焰光度检测器的气相色谱仪测定。

利用含有机磷的试样在富氢焰上燃烧, 以 HPO 碎片的形式, 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, 经微电流放大器放大后, 被记录下来, 试样的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 二氯甲烷。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 助滤剂 Celite 545。

3.5 氯化钠。

3.6 酸洗活性炭: 300 g 活性炭粉末, 用 1 000 mL 1 mol/L 盐酸煮沸 4 h 后, 用水洗至洗涤水中无氯离子, 烘干备用。

3.7 弗罗里硅土: 60 目~100 目, 在 650℃ 下烘 3 h, 加 5% 水混匀, 贮于干燥器中, 用前在 130℃ 下烘 2 h。

3.8 水胺硫磷标准品(isocarbophos): 纯度为 99%。

4 仪器

4.1 气相色谱仪: 附火焰光度检测器(FPD)和 526 nm 滤光片。

4.2 组织捣碎机。

4.3 旋转蒸发器。

4.4 K-D 浓缩器。

4.5 真空泵: 30 L/min。

4.6 250 mL 分液漏斗。

4.7 内径 0.5 cm 的微型层析柱。

5 分析步骤

5.1 试样提取: 取有代表性的柑桔试样切碎后充分混匀, 称取 50.0 g 于组织捣碎机中, 加 5 g Celite545 和 100 mL 丙酮。捣碎 30 s 后, 转移至布氏漏斗抽滤, 然后用丙酮洗涤残渣和滤器二次, 每次 20 mL, 合并滤液和洗滤液。

5.2 液-液分配萃取: 取上述滤液 1/2 于 250 mL 分液漏斗中, 加氯化钠 5 g, 充分振摇使其溶解, 然后用