



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.103—2003
代替 GB 14876—1994

植物性食品中甲胺磷和乙酰甲胺磷 农药残留量的测定

Determination of methamidophos and acephate
pesticide 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 14876—1994《食品中甲胺磷和乙酰甲胺磷农药残留量的测定方法》。

本标准与 GB 14876—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《植物性食品中甲胺磷和乙酰甲胺磷农药残留量的测定》；
- 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：卫生部食品卫生监督检验所、浙江农业大学、上海市卫生防疫站。

本标准主要起草人：沈在忠、张临夏。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中甲胺磷和乙酰甲胺磷农药残留量的测定

1 范围

本标准规定了谷物、蔬菜和植物油中甲胺磷和乙酰甲胺磷杀虫剂残留量的测定方法。

本标准适用于谷物、蔬菜和植物油中甲胺磷和乙酰甲胺磷的残留量测定。

本标准检出限分别为： 7.79×10^{-12} g 和 1.79×10^{-11} g。

2 原理

含有机磷的试样在富氢焰上燃烧,以氢磷氧碎片的形式,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:重蒸。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 活性炭:用 3 mol/L 盐酸浸泡过夜,抽滤,用水洗至中性,在 120℃ 下烘干备用。

3.5 甲胺磷(methamidophos):纯度 $\geq 99\%$ 。

3.6 乙酰甲胺磷(acephate):纯度 $\geq 99\%$ 。

3.7 甲胺磷和乙酰甲胺磷标准溶液的配制:分别准确称取甲胺磷和乙酰甲胺磷的标准品,用丙酮分别制成 0.1 mg/mL 的标准储备液。使用时根据仪器灵敏度用丙酮稀释配制成单一品种的标准使用液和混合标准工作液。贮藏于冰箱中。

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 浓缩器或旋转蒸发器。

4.4 离心机。

5 试样的制备

取谷物试样经粉碎机粉碎,过 20 目筛后,制成谷物试样。取蔬菜试样洗净,晾干,去掉非食部分后剁碎或经组织捣碎机捣碎,制成蔬菜试样。

6 分析步骤

6.1 提取和净化

6.1.1 蔬菜:称取蔬菜试样 10 g,精确至 0.001 g,用无水硫酸钠(因蔬菜含水量不同而加入量不同,约 50 g~80 g)研磨呈干粉状,倒入具塞锥形瓶中,加入 0.2 g~0.4 g 活性炭(根据蔬菜色素含量)及 80 mL 丙酮,振摇 0.5 h,抽滤,滤液浓缩定容至 5 mL,待气相色谱分析。

6.1.2 谷物(除小麦):称取谷物试样 10 g,精确至 0.001 g,置于具塞锥形瓶中,加入 40 mL 丙酮,振摇 1 h,抽滤,浓缩,定容至 5 mL,待气相色谱分析。

6.1.3 小麦:称取小麦试样 10 g,精确至 0.001 g,置于具塞锥形瓶中,加入 0.2 g 活性炭及 40 mL 丙酮,振摇 1 h,抽滤,浓缩,定容至 5 mL,待气相色谱分析。

6.1.4 植物油:称取植物油试样 5 g,用 45 mL 丙酮分次洗入 50 mL 的离心管内,加入 5 mL 水,混匀,在 3 000 r/min 下离心 5 min,吸取上清液,下面油层再加 10 mL 水和 10 mL 丙酮,离心 5 min,吸取上清液,合并两次上清液,用 K-D 浓缩器浓缩近干,残渣和水加入 40 g 无水硫酸钠,研磨呈干粉状,倒入具塞锥形瓶中,加入 0.3 g 活性炭、60 mL 二氯甲烷,振荡 0.5 h,抽滤,定容至 5 mL,待气相色谱分析。

6.2 色谱条件

6.2.1 色谱柱:玻璃柱,内径 3 mm,长 0.5 m,内装 2%DEGS/Chromosorb W AW DMCS,80 目~100 目。

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

6.2.3 温度:进样口 200℃,柱温 180℃。

6.3 测定

6.3.1 定性:以甲胺磷和乙酰甲胺磷农药标样的保留时间定性。

6.3.2 定量:用外标法定量,以甲胺磷和乙酰甲胺磷农药已知浓度的标准试样溶液作外标物,按峰高定量。

7 结果计算

按下式计算:

$$X_i = \frac{h_i \cdot E_{si} \cdot V_1}{h_{si} \cdot V_2 \cdot m}$$

式中:

X_i ——试样中 i 组分有机磷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

E_{si} ——注入标样中 i 组分有机磷的含量,单位为纳克(ng);

h_i ——试样的峰高,单位为毫米(mm);

h_{si} ——标样中 i 组分的峰高,单位为毫米(mm);

V_1 ——浓缩定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——注入色谱试样的体积,单位为微升(μ L);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。