

前 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。本标准提供测定食品(粮食、蔬菜、油料作物)中甲基异柳磷残留量的方法。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由广东省食品卫生监督检验所负责起草;中山医科大学测试中心、韶关市卫生防疫站参加起草。

本标准主要起草人:黄伟雄、邓峰、高燕红、邱建峰。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院负责解释。

中华人民共和国国家标准

食品中甲基异柳磷残留量的测定

GB/T 17330—1998

Determination of isofenphos-methyl residues in foods

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,方法检出限 2×10^{-9} g。若取 5 g 样品,最低检测浓度 0.004 mg/kg。

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、含磷等有机化合物的测定,样品经提取、净化后,用气相色谱火焰光度检测器检测。通过样品的峰高(面积)与标准品的峰高(面积)比较,计算样品相当的含量。

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(色层分析)20~40 筛孔,称取 20 g 活性炭 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 4 h 后备用,用前 140℃ 烘 2 h,冷却后加 5% 水灭活。

3.6 净化柱:改良酸式滴定管,由下至上加入少量棉花、1 g 无水硫酸钠、0.7 g 活性炭和 4 g 弗罗里硅土的混合物、1 g 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(纯度 > 97%),用丙酮配制成 0.1 mg/mL 的标准储备液。使用丙酮稀释配制成标准使用液(5 μg/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

取蔬菜类样品洗净、晾干,去掉非可食部分后经组织捣碎匀浆制成试样。

中华人民共和国卫生部 1998-04-20 批准

1999-01-01 实施

取粮食、油料作物等样品经粉碎机粉碎,过 20 目筛制成试样。

5.2 提取

5.2.1 蔬菜(含甜菜、甘蔗)样品:称取 5 g 蔬菜试样,精确至 0.001 g,置于研钵中,加入 30~100 g 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(以泡过样品为准),振荡提取 30 min,静置后,取上清液 30 mL,用氮气或空气浓缩至近干。

5.2.2 粮食样品:称取约 10 g 粮食试样,精确至 0.001 g,置于 150 mL 三角锥瓶中,加入 40 mL 乙酸乙酯,振荡提取 30 min,将溶液转移至离心管中,离心 10 min(3 000 r/min),取上清液 20 mL,用氮气或空气浓缩至近干。

5.2.3 油料作物(如花生、大豆)样品:称取 10 g 油料作物试样,精确至 0.001 g,置于 150 mL 三角锥瓶中,加入 50 mL 乙酸乙酯,振荡提取 30 min,将溶液转移至离心管中,离心 10 min(3 000 r/min),取上清液 25 mL,经无水硫酸干燥后浓缩至近干。

5.3 净化

将浓缩后的样品溶液,转移至柱上净化,用 30 mL 乙酸乙酯淋洗,收集淋洗液,用氮气或空气浓缩至近干,用丙酮定容至 1 mL,进样。

5.4 气相色谱参考条件

5.4.1 玻璃柱

1 m×3 mm(内径),内装涂有 2%OV-17 固定液的 Chromosorb W(DMCS)80~100 目。

5.4.2 气体流速

氮气:30 mL/min;

氢气:70 mL/min;

空气:100 mL/min。

5.4.3 温度

色谱柱:200℃;

进样口、检测器:220℃。

5.5 测定

分别吸取 1 μL 标准样液和 5.3 步骤中的试样液注入气相色谱仪中,通过试样和标准峰高的比较,用外标法定量。

6 结果

6.1 计算

按式(1)计算。

$$X = \frac{H \times E_s \times V_2 \times V_3}{H_s \times V_1 \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——样品中农药的含量,mg/kg;

E_s ——甲基异柳磷标准的含量,μg/mL;

V_1 ——样品进样体积,μL;

V_2 ——标准进样体积,μL;

V_3 ——最后定容体积,mL;

H ——样品农药峰高,mm;

H_s ——标准农药峰高,mm;

m ——样品质量,g。

6.2 方法的精密度

添加回收实验中甲基异柳磷的残留水平 0.2,0.4,0.8 mg/kg;其变异系数分别为:6.6%,3.6%,

10.5%。

6.3 色谱图

见图 1。

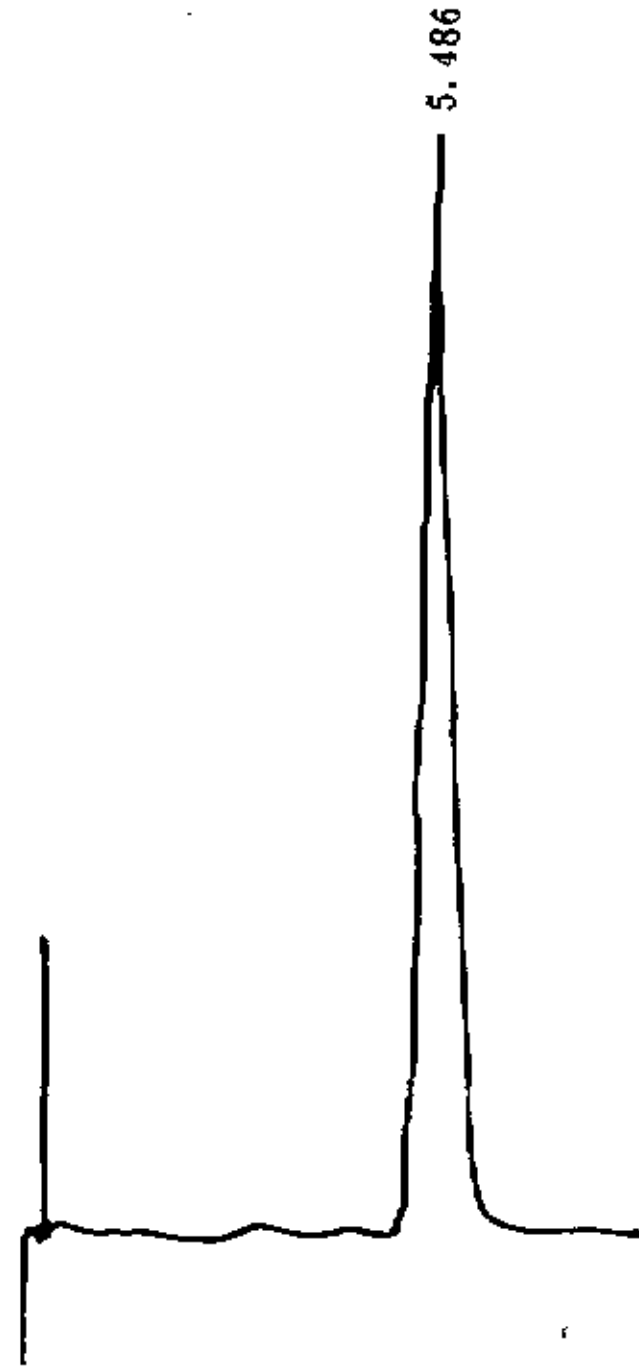


图 1 色谱图