

Method for determination of methamidophos and acephate
pesticide residues in foods

1 主题内容与适用范围

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分析,其最小检出限分别为 7.79×10^{-12} g 和 1.79×10^{-11} g。

2 原理

含有机磷的样品在富氢焰上燃烧,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,样品的峰高与标准品的峰高相比,计算出样品相当的含量。

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 3mol/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): $\geq 99\%$ 。

3.6 乙酰甲胺磷(acephate): $\geq 99\%$ 。

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 0.1mg/mL 的标准储备液。使用时用丙酮稀释配制成单一品种的标准使用液(1 mg/mL)和混合标准工作液(每个品种浓度为 1mg/mL)。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

取谷物实验样品经粉碎机粉碎,过 20 目筛后,制成谷物试样。取蔬菜实验样品洗净,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 0.001g,用无水硫酸钠(因蔬菜含水量不同而加入量不同,约 50~80g)研磨呈干粉状,倒入具塞锥形瓶中,加入 0.2~0.4g 活性炭(根据蔬菜色素含量)及 80 mL 丙酮,振摇 0.5h,抽滤,滤液浓缩定容至 5mL,待气相色谱分析。

6.1.2 谷物: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 1h,抽滤,浓缩,定容至 5mL,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 0.2g 活性炭及 40 mL 丙酮,振摇 1h,抽滤,浓缩,定容至 5mL,待气相色谱分析。

6.1.4 植物油:称取植物油试样 5g,用 45mL 丙酮分次洗入 50mL 的离心管内,加入 5mL 水,混

匀,在 3000r/min 下离心 5min,吸取上清液,下面油层再加 10mL 水和 10 mL 丙酮,离心 5min,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 40g 无水硫酸钠,研磨呈干粉状,倒入具塞锥形瓶中,加入 0.3g 活性炭、60mL 二氯甲烷,振荡 0.5h,抽滤,定容至 5mL,待气相色谱分析。

6.2 色谱条件

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

6.2.2 气流: 载气,氮气 70 mL/min,空气 0.7kg/cm²,氢气 1.2kg/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样品溶液作外标物,按峰高定量。

7 计算

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

式中: X_i ——样品中 i 组分有机磷含量,mg/kg;

E_{si} ——注入标样中 i 组分有机磷的含量,ng;

h_i ——样品的峰高,mm;

h_{si} ——标样中 i 组分的峰高,mm,

V_1 ——浓缩定容体积,mL;

V_2 ——注入色谱样品的体积,μL;

m ——样品的质量,g。

8 方法的精密度

添加回收试验中甲胺磷和乙酰甲胺磷的变异系数分别为 2.36%和 3.95%。

9 甲胺磷和乙酰甲胺磷的保留时间

在 6.2 的气相色谱条件下,甲胺磷的保留时间为 0.9 min, 乙酰甲胺磷的保留时间为 1.9min。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所、浙江农业大学、上海市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人沈在忠,张临夏。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。

中华人民共和国卫生部 1994-02-22 批准

1994-09-01 实施