

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.112—2003
代替 GB/T 14929.6—1994

大米和柑桔中喹硫磷残留量的测定

Determination of quinalphos residues
in rice and orange

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 14929.6—1994《大米和柑桔中啶硫磷残留量测定方法》。

本标准与 GB/T 14929.6—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《大米和柑桔中啶硫磷残留量的测定》;
- 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:浙江省农科院植保所。

本标准主要起草人:叶兴祥、于志光。

原标准于 1994 年首次发布,本次为第一次修订。

大米和柑桔中喹硫磷残留量的测定

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定大米和柑桔中喹硫磷的含量。

本标准适用于大米、柑桔中喹硫磷的残留量测定。

本标准检出限：喹硫磷为 5×10^{-9} g，喹氧磷为 2.5×10^{-9} g，100 g 试样的检出浓度为 0.03 mg/kg。

2 原理

糙米、柑桔用丙酮和苯(1+1)混合溶剂提取，经液-液分配和佛罗里硅土柱净化，用丙酮和苯(1+4)混合溶剂淋洗，定容后用 FPD-GC 测定。

3 试剂

- 3.1 丙酮：重蒸。
- 3.2 苯：重蒸。
- 3.3 无水硫酸钠。
- 3.4 20 g/L 硫酸钠。
- 3.5 佛罗里硅土(在 650℃ 下活化 4 h~5 h, 3% 水脱活)。
- 3.6 喹硫磷(quinalphos)：纯度 99.5%。

4 仪器

- 4.1 气相色谱仪具火焰光度检测器(磷-滤光片)。
- 4.2 稻谷出糙机。
- 4.3 磨粉机。
- 4.4 振荡器。
- 4.5 组织捣碎机。
- 4.6 旋转式蒸发器。
- 4.7 微量注射器：100 μ L。
- 4.8 玻璃仪器：具活塞玻璃层析柱、分液漏斗、容量瓶、具塞三角烧瓶。

5 分析步骤

5.1 试样提取

称取 50.0 g 大米(磨粉)或 50.0 g 桔皮(匀浆)或 100 g 桔肉(匀浆)，装入 250 mL 具塞三角烧瓶，加入 100 mL 丙酮和苯(1+1)混合溶剂，用 100 mL 苯振荡 30 min，用砂芯漏斗抽滤。在残渣中再加 80 mL 上述混合溶剂振荡 30 min，抽滤，合并滤液。

5.2 净化

将上述的提取液转入 500 mL 分液漏斗中，加入 200 mL 20 g/L 硫酸钠水溶液，振荡 1 min，静止分层。将下层水相转入另一 500 mL 分液漏斗中，用 20 mL、20 mL 苯萃取二次，并入苯液，经无水硫酸钠脱水，转入平底烧瓶内，在 40℃ 水浴中减压浓缩至 2 mL~3 mL。

取一支玻璃层析柱，装入 10 g 佛罗里硅土，上下两端装入 1.5 cm 厚无水硫酸钠。用 20 mL 苯预洗，倒入上述浓缩液，用丙酮和苯(1+4)混合溶剂 100 mL 淋洗，用平底烧瓶收集。在 40℃ 水浴中减压浓缩，定容 3 mL，测定。

5.3 色谱条件

- 5.3.1 色谱柱：玻璃柱 $\phi 4$ mm \times 1.5 m，装填涂有 3%OV-101+OV-210/ChromosorbW60 目~80 目。

5.3.2 温度:柱温 230℃,进样口温 250℃,检测器温 250℃。

5.3.3 气体流速:载气(氮气)50 mL/min,氢气 65 mL/min,空气 30 mL/min。

5.3.4 保留时间

在上述条件下,啉硫磷的保留时间 3 min 4 s,啉氧磷的保留时间 4 min 50 s。

5.4 测定

以保留时间定性,以外标法定量。用啉硫磷和啉氧磷分别配制成 2×10^{-9} 、 6×10^{-9} 、 8×10^{-9} 、 1×10^{-8} g/ μ L 标准液,进样量 2 μ L,测峰高。以峰高为纵坐标、标准量为横坐标,绘制工作曲线。根据试样的峰高(或峰面积)定量。

6 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{B \cdot V}{A \cdot m}$$

式中:

X——试样中啉硫磷残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

B——测得试样的峰高相当的含量,单位为微克(μ g);

V——进样前的定容体积,单位为毫升(mL);

A——进样量,单位为微升(μ L);

m——试样质量,单位为克(g)。

注:柑桔计算全果残留量。公式:

$$\text{全果残留量(mg/kg)} = \text{桔皮残留量} \times \text{桔皮}(\%) + \text{柑肉残留量} \times \text{柑肉}(\%)$$

7 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%。

8 其他

啉硫磷和啉氧磷的色谱图见图 1。

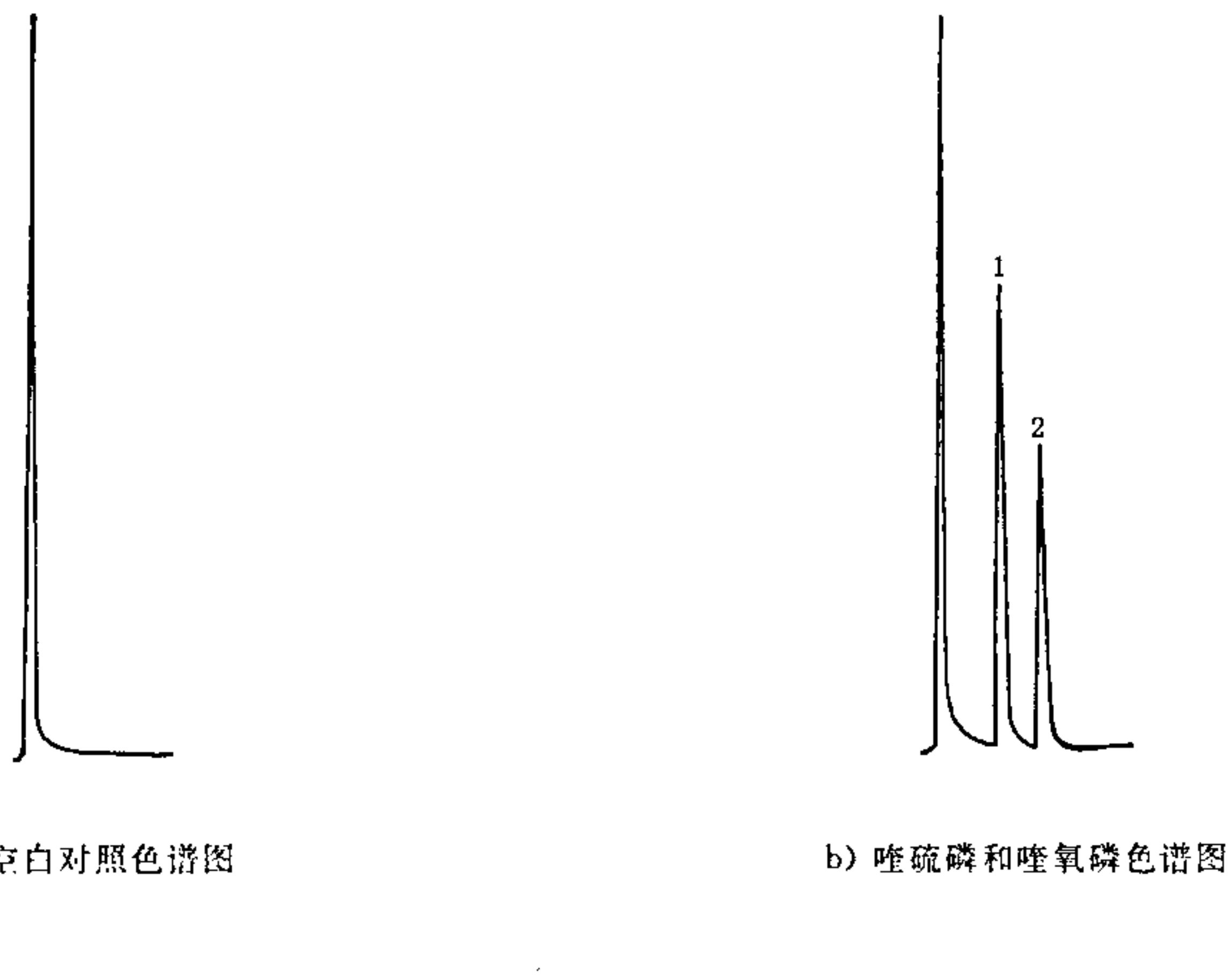


图 1