

中华人民共和国国家标准

食品中辛硫磷农药残留量的测定方法

Method for determination of phoxim
pesticide residue in foods

GB 14875—1994

1 主题内容与适用范围

本标准规定了谷类、蔬菜、水果中辛硫磷残留量的测定方法。

本标准适用于谷类、蔬菜、水果中辛硫磷农药的残留分析。其最小检出浓度为 0.01mg/kg。

2 原理

含有机磷的样品在富氢焰上燃烧，以氢磷氧（HPO）碎片的形式，放射出波长 526nm 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，分别记录标准和样品的峰高，以外标法定量样品的含量。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 石油醚。

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 标准品：

3.5.1 辛硫磷（phoxim）：995。

3.5.2 标准溶液的配制：准确称取辛硫磷标准品，用丙酮溶解，配成 1mg/mL 标准储备液，使用时用丙酮稀释成 1μg/mL 的标准使用液，贮藏于冰箱中。

4 仪器

4.1 气相色谱仪，带火焰光度检测器。

4.2 电动振荡器。

4.3 K-D 浓缩器。

4.4 索氏提取器。

4.5 具塞锥形瓶，250mL。

4.6 分液漏斗，250mL。

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。取蔬菜和水果实验样品洗净、晾干，丢掉非食部分后，剁碎或经组织捣碎机捣碎，制成蔬菜或水果试样。

6 分析步骤

6.1 提取和净化

6.1.1 谷物：称取谷物试样 20g，精确至 0.001g，置于具塞锥形瓶中，加入 50mL 石油醚，避光浸提 5h，抽滤，残渣用 100mL 石油醚分三次洗涤，合并滤液过无水硫酸钠，于 K-D 浓缩器上浓缩，定容至 5mL，待气相色谱分析。

6. 1. 2 蔬菜: 称取蔬菜试样 50g, 精确至 0.001g, 置于具塞锥形瓶中, 用石油醚-丙酮 1: 1 (V/V) 溶液 100mL 避光浸提 12h, 后加 1~3g (根据蔬菜色素含量) 活性炭振荡 0.5h, 静置 5min, 抽滤, 滤渣用 50mL 丙酮洗涤, 向滤液中加入 100mL 2% 硫酸钠水溶液, 用 150mL 石油醚分三次萃取, 合并萃取液, 浓缩并定容至 10mL, 待气相色谱分析。

6. 1. 3 水果: 称取水果试样 25g, 加入 1.5g 活性炭拌匀, 用滤纸将试样包好, 置于索氏抽提器中, 加入 120mL 石油醚-丙酮 (1: 1) (V/V), 避光浸泡一夜后, 在 60℃ 下回流 4h, 每小时 4~5 次, 提取液转移到分液漏斗中, 加入 30mL 2% 硫酸钠水溶液, 振摇, 分出石油醚层, 水层用 30mL 石油醚萃取二次, 合并石油醚, 通过无水硫酸钠, 浓缩石油醚层, 定容至 5mL, 待气相色谱分析。

6. 2 气相色谱分析

6. 2. 1 气相色谱条件

6. 2. 1. 1 色谱柱: 玻璃柱, 内径 3mm, 长 1m, 内装 5%OV-101/Chromosorb W.AW.DMCS 80~100 目。

6. 2. 1. 2 气流速度: 载气 (N₂) 80mL/min, 空气 60mL/min, 氢气 60mL/min。

6. 2. 1. 3 温度: 柱温 175℃, 进样口 185℃, 检测器 200℃。

6. 2. 2 测定

6. 2. 2. 1 定性: 以辛硫磷标准品的保留时间定性。

6. 2. 2. 2 定量: 用外标法定时, 以辛硫磷标准品作外标物, 按峰高计算。

7 结果计算

$$X = \frac{h_2 \cdot E_s \cdot V_2}{h_1 \cdot V_1 \cdot m}$$

式中: X——样品中辛硫磷含量, mg/kg;

E_s——注入的标样中辛硫磷的含量, ng;

V₁——样品进样体积, μL;

V₂——最后定容体积, mL;

h₁——标准样品的峰高, mm;

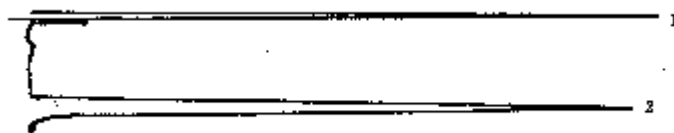
h₂——样品的峰高, mm;

m——样品质量, g。

8 方法的精密度

苹果度样的添加回收率试验中, 在 0.04mg/kg、0.02mg/kg 和 1mg/kg 三个水平上, 变异系数为 4.05%~8.9%。

9 辛硫磷农药的色谱图



1—溶剂; 2—辛硫磷

注: 辛硫磷标准品的出峰时间为 4.83min。

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、山西省农业科学院植物保护研究所、南京农业大学、新疆农业科学院原子能应用研究所负责起草。

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。