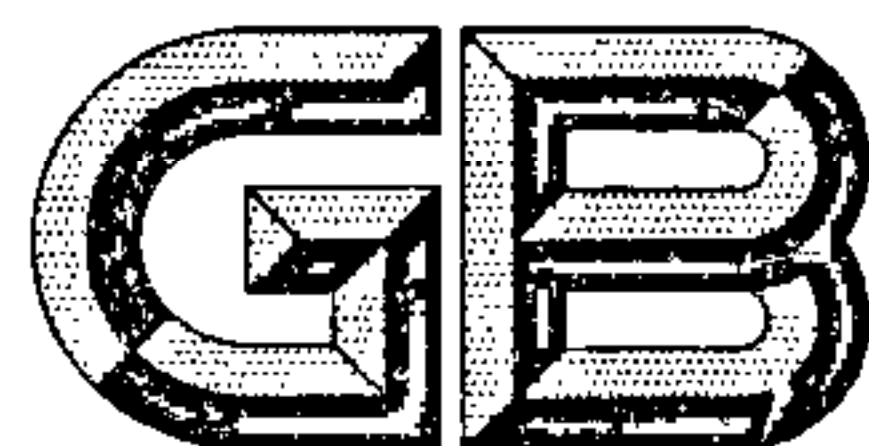


ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.144—2003  
代替 GB/T 17330—1998

## 植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定

Determination of isofenphos-methyl 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

## 前 言

本标准代替 GB/T 17330—1998《食品中甲基异柳磷残留量的测定》。

本标准与 GB/T 17330—1998 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《植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定》；

——增加了引言；

——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：广东省食品卫生监督检验所、中山医科大学测试中心、韶关市卫生防疫站。

本标准主要起草人：黄伟雄、邓峰、高燕红、邱建峰。

原标准于 1998 年首次发布，本次为第一次修订。

# 引 言

本标准等同采用国际标准化组织(ISO)第161号技术委员会(ISO/TC161)第161号国际标准(ISO 161:2002)《食品中砷的测定》(Determination of arsenic in food)。

## 植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定

### 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。

本标准的检出限:0.004 mg/kg。

本标准线性范围:0  $\mu\text{g/mL}$ ~5.0  $\mu\text{g/mL}$ 。

### 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、含磷等有机物的测定,试样经提取、净化后,用气相色谱火焰光度检测器检测。通过试样的峰高(面积)与标准品的峰高(面积)比较,计算试样相当的含量。

### 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20目~40目,称取20 g活性炭,用3 mol/L盐酸溶液浸泡过夜,抽滤后,用水洗至无氯离子,在120 $^{\circ}\text{C}$ 烘干备用。

3.5 弗罗里硅土于620 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧4 h后备用,用前140 $^{\circ}\text{C}$ 烘2 h,冷却后加5%水减活。

3.6 净化柱:改良酸式滴定管,由下至上加入少量脱脂棉、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(isofenphos-methyl,纯度>97%),用丙酮配制成0.1 mg/mL的标准储备液。用丙酮稀释配制成标准使用液(5.0  $\mu\text{g/mL}$ )。

### 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

取蔬菜类试样,去掉非可食部分后经组织捣碎机捣碎,制成匀浆。

取粮食、油料作物等试样经粉碎机粉碎,过20目筛制成试样。

#### 5.2 提取

5.2.1 蔬菜(含甜菜、甘蔗)试样:称取5 g蔬菜试样,精确到0.001 g,置于研钵中,加入30 g~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(以泡过试样为准),振荡提取

5.2.2 粮食试样:称取约 10 g 粮食试样,精确到 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 (3000 r/min),取上清液 20 mL,用氮气或空气吹至近干。

5.2.3 油料作物(如花生、大豆)试样:称取约 10 g 油料作物试样,精确到 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 (3000 r/min),取上清液 25 mL,用氮气或空气吹至近干。

### 5.3 净化

将浓缩后试样溶液,转移至柱上净化,用 30 mL 乙酸乙酯淋洗,收集淋洗液,用氮气或空气吹至近干,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 目~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℃。

## 6 测定

### 6.1 标准曲线绘制

分别吸取甲基异柳磷标准使用液(5.0 μg/mL)0,0.1,0.2,0.4,0.8,2.5,5.0 mL,于 5 mL 容量瓶中,加水至刻度,即各含量为 0,0.1,0.2,0.4,0.8,2.5,5.0 μg/mL 的标准液系列,分别吸取 1 μL

### 6.2 试样测定

吸取 1 μL 5.3 中的试样液注入气相色谱仪中,通过试样与标准峰面积的比较,用外标法定量。

## 7 结果计算

试样中甲基异柳磷的含量按下式计算:

$$X = \frac{H \times E_s \times V_2 \times V_3}{H_s \times V_1 \times m}$$

式中:

X——试样中农药的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$E_s$ ——甲基异柳磷标准的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$V_1$ ——试样进样体积,单位为微升(μL);

$V_2$ ——标准进样体积,单位为微升(μL);

$V_3$ ——最后定容体积,单位为毫升(mL);

H——试样农药峰高,单位为毫米(mm);

$H_s$ ——标准农药峰高,单位为毫米(mm);

m——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示:报告算术平均值的两位有效数字。

8 精密度

见图 1。



图 1 色谱图