



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.163—2003

动物性食品中氨基甲酸酯类农药 多组分残留高效液相色谱测定

Determination of carbamate pesticides multiresidues
in animal foods (HPLC)

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

本标准对应于 WHO/GEMS/FOOD 推荐的测定方法:Steinwandter, H. :农药残留和工业化学物的提取和分析通用方法,Anal Chem(1985)322:752-754。

本标准与 WHO/GEMS/FOOD 推荐的测定方法的一致性程度为非等效。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位:中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所、北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人:李萍、王绪卿、吴国华、杨大进。

引　　言

涕灭威、速灭威、呋喃丹、甲萘威、异丙威为我国常用的一类氨基甲酸酯类农药。由于动物性食品基质的特殊性,试样净化是测定方法的关键技术之一。本标准提出了以凝胶渗透净化技术的动物性食品中涕灭威、速灭威、呋喃丹、甲萘威、异丙威多组分残留量测定方法。

动物性食品中氨基甲酸酯类农药 多组分残留高效液相色谱测定

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定动物性食品中涕灭威、速灭威、呋喃丹、甲萘威、异丙威残留量。

本标准适用于肉类、蛋类及乳类食品中涕灭威、速灭威、呋喃丹、甲萘威、异丙威残留量测定。

本方法检出限分别为涕灭威 $9.8 \mu\text{g}/\text{kg}$, 速灭威 $7.8 \mu\text{g}/\text{kg}$, 呋喃丹 $7.3 \mu\text{g}/\text{kg}$, 甲萘威 $3.2 \mu\text{g}/\text{kg}$, 异丙威 $13.3 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 原理

试样经提取、净化、浓缩、定容,微孔滤膜过滤后进样,用反相高效液相色谱分离,紫外检测器检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

3 试剂

3.1 甲醇:重蒸。

3.2 丙酮:重蒸。

3.3 乙酸乙酯:重蒸。

3.4 环己烷:重蒸。

3.5 氯化钠。

3.6 无水硫酸钠。

3.7 蒸馏水:重蒸。

3.8 凝胶:Bio-Beads S-X₃200 目~400 目。

3.9 氨基甲酸酯类农药(NMCs)标准:涕灭威、甲萘威、呋喃丹、速灭威、异丙威纯度均大于 99%。

3.10 NMCs 标准溶液配制:将五种 NMCs 分别以甲醇配成一定浓度的标准储备液,冰箱保存。使用前取标准储备液一定量,用甲醇稀释配成混合标准应用液。5 种 NMCs 的浓度分别为涕灭威 6.0 mg/L 、甲萘威 5.0 mg/L 、呋喃丹 5.0 mg/L 、速灭威 10.0 mg/L 、异丙威 10.0 mg/L 。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪:附紫外检测器及数据处理器。

4.2 旋转蒸发仪。

4.3 凝胶净化柱:长 50 cm ,内径 2.5 cm 带活塞玻璃层析柱,柱底垫少量玻璃棉,用洗脱剂(乙酸乙酯+环己烷:1+1)浸泡过夜的凝胶以湿法装入柱中,柱床高约 40 cm ,柱床始终保持在洗脱剂中。

5 试样制备

蛋品去壳,制成匀浆;肉品切块后,制成肉糜;乳品混匀后待用。

6 分析步骤

6.1 提取与分配