

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.104—2003
代替 GB 14877—1994

植物性食品中氨基甲酸酯类农药 残留量的测定

Determination of carbamate pesticide 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
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB 14877—1994《食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定方法》。

本标准与 GB 14877—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《植物性食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定》。
- 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:卫生部食品卫生监督检验所、天津市食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人:黄光伟、张临夏、田永泉、李明元。

原标准于 1994 年首次发布,本次为第一次修订。

植物性食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食、蔬菜中六种氨基甲酸酯杀虫剂残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜中速灭威、异丙威、残杀威、克百威、抗蚜威和甲萘威的残留分析。

本标准检出限分别为:0.02,0.02,0.03,0.05,0.02,0.10 mg/kg。

2 原理

含氮有机化合物被色谱柱分离后在加热的碱金属片的表面产生热分解,形成氰自由基(CN^{*}),并且从被加热的碱金属表面放出的原子状态的碱金属(Rb)接受电子变成CN⁻,再与氢原子结合。放出电子的碱金属变成正离子,由收集极收集,并作为信号电流而被测定。电流信号的大小与含氮化合物的含量成正比。以峰面积或峰高比较定量。

3 试剂

3.1 无水硫酸钠:于450℃焙烧4 h后备用。

3.2 丙酮:重蒸。

3.3 无水甲醇:重蒸。

3.4 二氯甲烷:重蒸。

3.5 石油醚:沸程30℃~60℃,重蒸。

3.6 速灭威(tsumacide):纯度≥99%。

3.7 异丙威(MIPC):纯度≥99%。

3.8 残杀威(propoxur):纯度≥99%。

3.9 克百威(carbofuran):纯度≥99%。

3.10 抗蚜威(pirimicarb):纯度≥99%。

3.11 甲萘威(carbaryl):纯度≥99%。

3.12 50 g/L 氯化钠溶液:称取25 g 氯化钠,用水溶解并稀释至500 mL。

3.13 甲醇-氯化钠溶液:取无水甲醇及50 g/L 氯化钠溶液等体积混合。

3.14 氨基甲酸酯杀虫剂标准溶液的配制:分别准确称取速灭威、异丙威、残杀威、克百威、抗蚜威及甲萘威各种标准品,用丙酮分别配制成1 mg/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(5 μg/mL)和混合标准工作液(每个品种浓度为2 μg/mL~10 μg/mL)。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:附有FTD(火焰热离子检测器)。

4.2 电动振荡器。

4.3 组织捣碎机。

4.4 粮食粉碎机:带20目筛。

4.5 恒温水浴锅。

4.6 减压浓缩装置。

4.7 分液漏斗:250 mL,500 mL。

4.8 量筒:50 mL,100 mL。