

ICS 67.040
C 53



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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 14929.6—1994《大米和柑桔中喹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《大米和柑桔中喹硫磷残留量的测定》;
- 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。