

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.21—2003
代替 GB/T 5009.21—1996

粮、油、菜中甲萘威残留量的测定

Determination of carbaryl residues in cereals, oils and vegetables

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

本标准代替 GB/T 5009.21—1996《粮、油、菜中西维因残留量的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.21—1996 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《粮、油、菜中甲萘威残留量的测定》;
- 按照 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。

本标准第一法由浙江省粮食科学研究所负责起草。

本标准第二法由卫生部食品卫生监督检验所、中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所负责起草。

本标准于 1985 年首次发布,1996 年第一次修订,本次为第二次修订。

粮、油、菜中甲萘威残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食、油、油料及蔬菜中甲萘威残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、油、油料及蔬菜中甲萘威残留量的测定。

本方法检出限:高效液相色谱法为 0.5 mg/kg;比色法为 10 μg ;当取样量为 2 g 时,检出浓度为 5 mg/kg。

第一法 高效液相色谱法

2 原理

含有甲萘威的粮食经提取、弗罗里硅土净化后,浓缩,定容作为测定溶液,取一定量注入高效液相色谱仪,经分离用紫外 280 nm 检测器检测,与标准系列比较定量。

3 试剂

3.1 苯。

3.2 乙腈。

3.3 甲醇。

3.4 二氯甲烷。

3.5 无水硫酸钠:120℃干燥 4 h。

3.6 弗罗里硅土:120℃干燥 4 h,加入质量分数为 6%的蒸馏水,摇匀,放置过夜后使用。

3.7 甲萘威标准溶液的配制:准确称取甲萘威标准品(carbaryl, 99.3%),用甲醇溶解并配制成 10.0 mg/mL 的标准储备液,储于冰箱中,使用时用甲醇稀释成 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准使用液。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪:带紫外检测器。

4.2 溶剂过滤器。

4.3 超声波仪。

4.4 KD 浓缩器或旋转式蒸发器。

5 分析步骤

5.1 提取

称取 20.00 g 经粉碎过 20 目筛的粮食试样于 250 mL 具塞锥形瓶中,准确加入 50 mL 苯,浸泡过夜,次日振荡提取 1 h,提取液过滤。

5.2 净化

取直径 1.5 cm 层析柱,先装脱脂棉少许。柱两头装 2 cm 高无水硫酸钠,中间装 6 g 弗罗里硅土。装好的柱先用 20 mL 二氯甲烷预淋,弃去预淋液,然后将 5 mL~10 mL 试样提取液倒入层析柱,用 70 mL 二氯甲烷少量多次淋洗,收集全部淋洗液,用 KD 浓缩器进行浓缩至近干(水浴温度 30℃),然后用甲醇溶解残余物,并定容至 5 mL。定容后经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后,取 10 μL 滤液注入高效色谱进行分离、检测。