

中华人民共和国国家标准

食品中亚胺硫磷残留量的测定方法

Method for determination of phosmet
residues in food

GB/T 16335—1996

1 主题内容与适用范围

本标准规定了稻谷、小麦、蔬菜中亚胺硫磷残留量的测定方法。

本标准适用于稻谷、小麦、蔬菜中亚胺硫磷残留量的测定。

2 原理

含亚胺硫磷的样品在富氢焰上燃烧，以 HPO 碎片形式，放射出波长 526 nm 的特征光，这种特征光通过滤光片选择后，由光电倍增管接收，转换成电信号，经微电流放大器放大后，被记录下来，样品峰高与标准品的峰高相比，计算出样品相当的含量。亚胺硫磷最小检测量为 $1.50 \times 10^{-11} \text{g}$ 。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 苯。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 农药标准溶液：准确称取适量亚胺硫磷农药标准品，用丙酮配制成储备液，放在冰箱中保存。

3.5 农药标准使用溶液：临用时用丙酮将标准储备液稀释至所需浓度。

4 仪器

4.1 气相色谱仪：具有火焰光度检测器。

4.2 电动振荡器。

4.3 K-D 浓缩器。

5 操作方法

5.1 提取和净化

5.1.1 蔬菜：将蔬菜切碎混匀，称取 50 g，放于捣碎杯中，加入 70 mL 丙酮于组织捣碎机上捣碎，抽滤，滤液转移至 500 mL 分液漏斗，加入 250 mL 2% 硫酸钠溶液，用 30、20、20 mL 苯萃取，萃取液过无水硫酸钠层，浓缩，定容至 10 mL，进气相色谱分析。

5.1.2 稻谷：脱壳、磨粉，过 20 目筛，混匀。称取 10 g，置于具塞锥形瓶中，加入 40 mL 丙酮，振摇 1 h，抽滤，滤液浓度，定容至 5 mL，进气相色谱分析。

5.1.3 小麦：将样品磨粉，过 20 目筛，混匀。称取 10 g，置于具塞锥形瓶中，加入 40 mL 丙酮，振摇 1 h，抽滤，滤液浓度，定容至 5 mL，进气相色谱分析。

5.2 色谱条件

5.2.1 色谱柱：玻璃柱，内径 3 mm，长 0.5 m，内装 3%OV-101/Chromosorb W AW DMCS80 目~100 目。

5.2.2 气流：载气为氮气 70 mL/min，空气 0.7 kg/cm²。

5.2.3 温度：进样品 200℃；柱温 180℃。

5.3 测定

根据仪器灵敏度配制一系列不同浓度的标准溶液。将各浓度的标准液 2 μL~5 μL 注入气相色谱仪中，根据测得的峰高绘制标准曲线。同时取样品溶液 2 μL~5 μL 注入气相色谱仪中，测得的峰高与标准品相近的峰高相比，求得样品中农药的含量。

5.4 计算：

$$X = \frac{h_2 / h_1 \cdot A \cdot V_1}{V_2 \cdot m}$$

式中：X——样品中亚胺硫磷农药含量，mg/kg；

A——被测定标样中亚胺硫磷含量，ng；

V₁——样品定容体积，mL；

V₂——样品进样体积，μL；

h₁——标准品的峰高，mm；

h₂——样品的峰高，mm；

m——样品的质量，g。

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由中国农业科学院、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人张乔、张临夏、沈在忠、张莹、杨大进。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。