

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.114—2003
代替 GB/T 14929.8—1994

大米中杀虫双残留量的测定

Determination of bisultap residues in rice

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 14929.8—1994《大米中杀虫双残留量测定方法》。

本标准与 GB/T 14929.8—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《大米中杀虫双残留量的测定》；

——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。

本标准主要起草人：王绪卿、林媛真、陈惠京。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

大米中杀虫双残留量的测定

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定大米中杀虫双和沙蚕毒素的含量。

本标准适用于大米中杀虫双、沙蚕毒素残留量的测定。

本标准检出限为 0.1 ng, 检出浓度为 0.002 mg/kg。

2 原理

大米试样经 0.1 mol/L 盐酸提取后, 在碱性溶液中, 转化成沙蚕毒素, 以三氯甲烷提取后, 蒸除三氯甲烷, 用甲醇定容至 1 mL, 以 FPD-GC 测定。

3 试剂

3.1 0.1 mol/L 盐酸。

3.2 0.1 mol/L 氢氧化钠。

3.3 0.1 mol/L 硫化钠水溶液。

3.4 甲醇: 重蒸。

3.5 三氯甲烷: 重蒸加无水乙醇, 使含 1% 乙醇。

3.6 无水乙醇。

3.7 无水硫酸钠。

3.8 沙蚕毒素标准溶液: 精确称取沙蚕毒素草酸盐 0.016 0 g, 以甲醇溶解并稀释至 100 mL, 每毫升含沙蚕毒素 100 μ g。根据需要, 吸取一定量上述标准溶液, 以甲醇稀释至一定体积, 配制成应用液。

4 仪器

4.1 台式离心机。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 玻璃蒸馏器。

4.4 氮气蒸发器。

4.5 气相色谱仪(具有火焰光度检测器, FPD)。

4.6 微量注射器。

5 分析步骤

5.1 试样处理

称取大米试样 5 g(精确至 0.001 g), 加 10 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液, 在振荡器上振荡 30 min, 于 1 600 r/min 离心 10 min, 将上清液倒于带盖量筒中, 再以 10 mL 0.1 mol/L 盐酸洗涤试样, 如此重复三次。合并盐酸提取液, 调节 pH 8.5~9, 加 0.1 mol/L 硫化钠水溶液 2 mL 放置过夜, 加 2 倍试样液体积的三氯甲烷于分液漏斗中, 剧烈振摇 1 min, 静置分层。将三氯甲烷层经无水硫酸钠滤于三角瓶中, 在旋转蒸发器中 45℃ 蒸除三氯甲烷, 至剩余少许时, 立即取出, 用甲醇定容至 1 mL, 待测定。

5.2 气相色谱条件

5.2.1 色谱柱

3 mm(内径)×2 m 玻璃柱; 填充涂有 1.5% OV-17 Chromosorb W(80 目~100 目)的担体。

5.2.2 温度

柱温: 160℃;

汽化室温:200℃;
FPD 检测器温:170℃。

5.2.3 气体速度

载气(氮气)流速:70 mL/min;
氢气流速:150 mL/min;
空气流速:50 mL/min。

5.2.4 其他条件

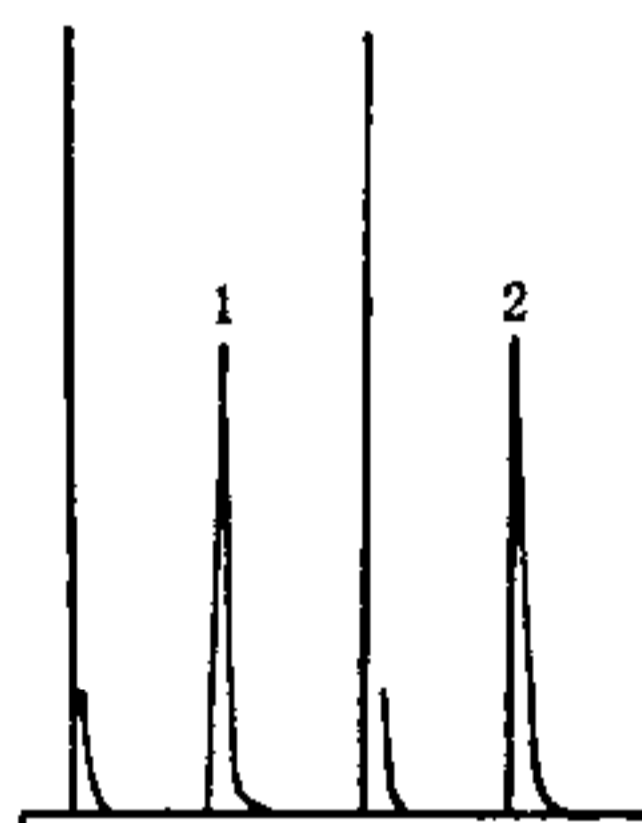
仪器灵敏度:10²;
衰减:32;
纸速:0.5 cm/min。

5.3 测定

按上述色谱条件调试仪器,待仪器稳定后,用微量注射器注入样品或标准液,以保留时间为定性指标。

取杀虫双转化后相当于 0.50、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 ng 的沙蚕毒素,注入色谱仪中,测量峰高。以杀虫双含量为横坐标,峰高为纵坐标,在双对数坐标纸上绘制工作曲线,根据试样的峰高定量。沙蚕毒素线性范围为 0.50 ng~5.0 ng。

大米中沙蚕毒素及标准沙蚕毒素色谱图见图 1:



- 1——标准杀虫双转化为沙蚕毒素;
- 2——大米中杀虫双转化为沙蚕毒素。

图 1 沙蚕毒素色谱图

6 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{B \times V}{A \times m} \times 2.38$$

式中:

X——试样中杀虫双含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

B——测得试样的峰高(或面积)值,查标准曲线后得到的沙蚕毒素量,单位为纳克(ng);

V——定容体积,单位为毫升(mL);

A——进样量,单位为微升(μL);

m——试样质量,单位为克(g)。

杀虫双分子量为 355,沙蚕毒素分子量为 149,将测得的沙蚕毒素量乘以 2.38,即为杀虫双含量。

计算结果保留两位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。