

中国国家标准汇编

2003 年修订-7

中国标准出版社

2004

图书在版编目 (CIP) 数据

中国国家标准汇编. 7: 2003 年修订/中国标准出版社总编室编. —北京: 中国标准出版社, 2004
ISBN 7-5066-3605-0

I. 中… II. 中… III. 国家标准-汇编-中国-2003
IV. T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 107262 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

网址 www.bzchs.com

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 37.75 字数 1 115 千字

2005 年 1 月第一版 2005 年 1 月第一次印刷

*

定价 120.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 68533533



出版说明

1.《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集,自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。《汇编》在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 由于标准的动态性,每年有相当数量的国家标准被修订,这些国家标准的修订信息无法在已出版的《汇编》中得到反映。为此,自 1995 年起,新增出版在上一年度被修订的国家标准的汇编本。

3. 修订的国家标准汇编本的正书名、版本形式、装帧形式与《中国国家标准汇编》相同,视篇幅分设若干册,但不占总的分册号,仅在封面和书脊上注明“2003 年修订-1,-2,-3,……”等字样,作为对《中国国家标准汇编》的补充。读者配套购买则可收齐前一年新制定和修订的全部国家标准。

4. 修订的国家标准汇编本的各分册中的标准,仍按顺序号由小到大排列(不连续);如有遗漏的,均在当年最后一分册中补齐。

5. 2003 年度发布的修订国家标准分 22 册出版。本分册为“2003 年修订-7”,收入新修订的国家标准 103 项。

中国标准出版社

2004 年 10 月

前 言

本分册收入的标准自实施之日起同时代替GB/T 5009.1—1996、GB/T 5009.2~5009.10—1985、GB/T 5009.11~5009.72—1996、GB/T 11672—1989、GB/T 4790—1984、GB/T 8451—1987、GB/T 8449—1987、GB/T 8450—1987、GB/T 3561—1989、GB/T 11332—1989、GB/T 11679—1989、GB/T 11681—1989、GB/T 12388—1990、GB/T 12389—1990、GB/T 12390—1990、GB/T 12391—1990、GB/T 12392—1990、GB/T 12393—1990、GB/T 12394—1990、GB/T 12395—1990、GB/T 12396—1990、GB/T 12397—1990、GB/T 12398—1990、GB/T 12399—1996、GB/T 13108—1991、GB/T 13110—1991、GB/T 13111—1991、GB/T 13112—1991、GB/T 13117—1991、GB/T 13118—1991、GB/T 13119—1991、GB 13120—1996、GB 14875—1994、GB 14876—1994、GB 14877—1994、GB 14878—1994、GB 14879—1994、GB/T 14929.1—1994、GB/T 14931.2—1994、GB/T 14929.3—1994、GB/T 14929.4—1994、GB/T 14929.5—1994、GB/T 14929.6—1994、GB/T 14929.7—1994、GB/T 14929.8—1994、GB/T 14929.9—1994、GB/T 14931.1—1994、GB/T 14932.2—1994、GB/T 14933—1994、GB/T 14937—1994、GB/T 14940—1994、GB/T 14941—1994、GB/T 14943—1994、GB/T 14962—1994、GB/T 14965—1994、GB/T 14966—1994、GB/T 14973—1994、GB/T 15205—1994、GB/T 15206—1994、GB/T 15518—1995、GB/T 16337—1996、GB/T 16335—1996、GB/T 16336—1996、GB/T 16338—1996、GB/T 16339—1996、GB/T 16340—1996、GB/T 16341—1996、GB/T 16342—1996、GB/T 16343—1996、GB/T 16344—1996、GB/T 16345—1996、GB/T 16346—1996、GB/T 17328—1998、GB/T 17329—1998、GB/T 17330—1998、GB/T 17331—1998、GB/T 17332—1998、GB/T 17333—1998、GB/T 17334—1998、GB/T 17335—1998、GB/T 17336—1998、GB/T 17337—1998、GB/T 17338—1998、GB/T 17406—1998、GB/T 17407—1998、GB/T 17408—1998、GB/T 17409—1998、GB/T 9675—1988、GB/T 7102.2—1994。

其中 GB 2731—1988、GB 10146—1988、GB 15202—1994、GB 16322—1996、GB 14970—1994、GB 14974—1994、GB 16321—1996、GB 16325—1996、GB/T 11675—1989 被部分代替。

本标准与原标准相比主要修改如下：

- 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；
- 将 GB/T 5009 编号以外的 87 个食品卫生理化标准检验方法、34 个 1998 年后全国卫生标准委员会食品卫生分委会审查通过、卫生部批准的食品卫生理化检验方法以及 10 个原包含在食品卫生标准中的食品卫生理化检验方法合并入 GB/T 5009 系列，共 203 个分析方法，采用 GB/T 5009 进行系统编号。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

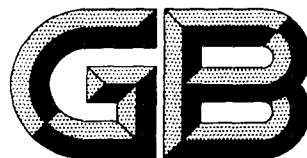
本标准由中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、北京市疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心负责起草。

目 录

前言	5
GB/T 5009.101—2003 食品容器及包装材料用聚酯树脂及其成型品中锑的测定	1
GB/T 5009.102—2003 植物性食品中辛硫磷农药残留量的测定	7
GB/T 5009.103—2003 植物性食品中甲胺磷和乙酰甲胺磷农药残留量的测定	11
GB/T 5009.104—2003 植物性食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定	15
GB/T 5009.105—2003 黄瓜中百菌清残留量的测定	21
GB/T 5009.106—2003 植物性食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定	27
GB/T 5009.107—2003 植物性食品中二嗪磷残留量的测定	31
GB/T 5009.108—2003 畜禽肉中己烯雌酚的测定	35
GB/T 5009.109—2003 柑桔中水胺硫磷残留量的测定	39
GB/T 5009.110—2003 植物性食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量的测定	45
GB/T 5009.111—2003 谷物及其制品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定	51
GB/T 5009.112—2003 大米和柑桔中啶硫磷残留量的测定	59
GB/T 5009.113—2003 大米中杀虫环残留量的测定	63
GB/T 5009.114—2003 大米中杀虫双残留量的测定	69
GB/T 5009.115—2003 稻谷中三环唑残留量的测定	73
GB/T 5009.116—2003 畜、禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量的测定(高效液相色谱法)	77
GB/T 5009.117—2003 食用豆粕卫生标准的分析方法	81
GB/T 5009.118—2003 小麦中 T-2 毒素的酶联免疫吸附测定(ELISA)	87
GB/T 5009.119—2003 复合食品包装袋中二氨基甲苯的测定	93
GB/T 5009.120—2003 食品中丙酸钠、丙酸钙的测定	97
GB/T 5009.121—2003 食品中脱氢乙酸的测定	101
GB/T 5009.122—2003 食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品中残留 1,1-二氯乙烷的测定	105
GB/T 5009.123—2003 食品中铬的测定	109
GB/T 5009.124—2003 食品中氨基酸的测定	115
GB/T 5009.125—2003 尼龙 6 树脂及成型品中己内酰胺的测定	121
GB/T 5009.126—2003 植物性食品中三唑酮残留量的测定	125
GB/T 5009.127—2003 食品包装用聚酯树脂及其成型品中锆的测定	131
GB/T 5009.128—2003 食品中胆固醇的测定	135
GB/T 5009.129—2003 水果中乙氧基喹残留量的测定	139
GB/T 5009.130—2003 大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定	143
GB/T 5009.131—2003 植物性食品中亚胺硫磷残留量的测定	149
GB/T 5009.132—2003 食品中莠去津残留量的测定	153
GB/T 5009.133—2003 粮食中绿麦隆残留量的测定	158
GB/T 5009.134—2003 大米中禾草敌残留量的测定	163
GB/T 5009.135—2003 植物性食品中灭幼脲残留量的测定	169
GB/T 5009.136—2003 植物性食品中五氯硝基苯残留量的测定	177

GB/T 5009.137—2003	食品中锑的测定	182
GB/T 5009.138—2003	食品中镍的测定	188
GB/T 5009.139—2003	饮料中咖啡因的测定	195
GB/T 5009.140—2003	饮料中乙酰磺胺酸钾的测定	203
GB/T 5009.141—2003	食品中诱惑红的测定	209
GB/T 5009.142—2003	植物性食品中吡氟禾草灵、精吡氟禾草灵残留量的测定	214
GB/T 5009.143—2003	蔬菜、水果、食用油中双甲脒残留量的测定	220
GB/T 5009.144—2003	植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定	226
GB/T 5009.145—2003	植物性食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留的测定	232
GB/T 5009.146—2003	植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定	239
GB/T 5009.147—2003	植物性食品中除虫脲残留量的测定	247
GB/T 5009.148—2003	植物性食品中游离棉酚的测定	251
GB/T 5009.149—2003	食品中桅子黄的测定	255
GB/T 5009.150—2003	食品中红曲色素的测定	262
GB/T 5009.151—2003	食品中锗的测定	267
GB/T 5009.152—2003	食品包装用苯乙烯-丙烯腈共聚物和橡胶改性的丙烯腈-丁二烯-苯乙烯树脂及其成型品中残留丙烯腈单体的测定	277
GB/T 5009.153—2003	植物性食品中植酸的测定	287
GB/T 5009.154—2003	食品中维生素 B ₆ 的测定	291
GB/T 5009.155—2003	大米中稻瘟灵残留量的测定	296
GB/T 5009.156—2003	食品用包装材料及其制品的浸泡试验方法通则	301
GB/T 5009.157—2003	食品中有机酸的测定	315
GB/T 5009.158—2003	蔬菜中维生素 K ₁ 的测定	320
GB/T 5009.159—2003	食品中还原型抗坏血酸的测定	327
GB/T 5009.160—2003	水果中单甲脒残留量的测定	333
GB/T 5009.161—2003	动物性食品中有机磷农药多组分残留量的测定	340
GB/T 5009.162—2003	动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯农药多组分残留量的测定	347
GB/T 5009.163—2003	动物性食品中氨基甲酸酯类农药多组分残留高效液相色谱测定	355
GB/T 5009.164—2003	大米中丁草胺残留量的测定	362
GB/T 5009.165—2003	粮食中 2,4-滴丁酯残留量的测定	368
GB/T 5009.166—2003	食品包装用树脂及其制品的预试验	373
GB/T 5009.167—2003	饮用天然矿泉水中氟、氯、溴离子和硝酸根、硫酸根含量的反相高效液相色谱法测定	385
GB/T 5009.168—2003	食品中二十碳五烯酸和二十二碳六烯酸的测定	390
GB/T 5009.169—2003	食品中牛磺酸的测定	396
GB/T 5009.170—2003	保健食品中褪黑素含量的测定	403
GB/T 5009.171—2003	保健食品中超氧化物歧化酶(SOD)活性的测定	410
GB/T 5009.172—2003	大豆、花生、豆油、花生油中的氟乐灵残留量的测定	418
GB/T 5009.173—2003	梨果类、柑桔类水果中噻螨酮残留量的测定	424
GB/T 5009.174—2003	花生、大豆中异丙甲草胺残留量的测定	429
GB/T 5009.175—2003	粮食和蔬菜中 2,4-滴残留量的测定	433
GB/T 5009.176—2003	茶叶、水果、食用植物油中三氯杀螨醇残留量的测定	440
GB/T 5009.177—2003	大米中敌稗残留量的测定	446

GB/T 5009.178—2003	食品包装材料中甲醛的测定	452
GB/T 5009.179—2003	火腿中三甲胺氮的测定	457
GB/T 5009.180—2003	稻谷、花生仁中恶草酮残留量的测定	461
GB/T 5009.181—2003	猪油中丙二醛的测定	467
GB/T 5009.182—2003	面制食品中铝的测定	471
GB/T 5009.183—2003	植物蛋白饮料中脲酶的定性测定	475
GB/T 5009.184—2003	粮食、蔬菜中噻嗪酮残留量的测定	479
GB/T 5009.185—2003	苹果和山楂制品中展青霉素的测定	483
GB/T 5009.186—2003	乳酸菌饮料中脲酶的定性测定	487
GB/T 5009.187—2003	干果(桂圆、荔枝、葡萄干、柿饼)中总酸的测定	491
GB/T 5009.188—2003	蔬菜、水果中甲基托布津、多菌灵的测定	495
GB/T 5009.189—2003	银耳中米酵菌酸的测定	500
GB/T 5009.190—2003	海产食品中多氯联苯的测定	507
GB/T 5009.191—2003	食品中 3-氯-1,2-丙二醇含量的测定	511
GB/T 5009.192—2003	动物性食品中克伦特罗残留量的测定	520
GB/T 5009.193—2003	保健食品中脱氢表雄甾酮(DHEA)的测定	532
GB/T 5009.194—2003	保健食品中免疫球蛋白 IgG 的测定	537
GB/T 5009.195—2003	保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定	543
GB/T 5009.196—2003	保健食品中肌醇的测定	549
GB/T 5009.197—2003	保健食品中盐酸硫胺素、盐酸吡哆醇、烟酸、烟酰胺和咖啡因的测定	555
GB/T 5009.198—2003	贝类 记忆丧失性贝类毒素软骨藻酸的测定	563
GB/T 5009.199—2003	蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量的快速检测	569
GB/T 5009.200—2003	小麦中野燕枯残留量的测定	575
GB/T 5009.201—2003	梨中烯唑醇残留量的测定	581
GB/T 5009.202—2003	食用植物油煎炸过程中的极性组分(PC)的测定	587
GB/T 5009.203—2003	植物纤维类食品容器卫生标准中蒸发残渣的分析方法	593



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.101—2003
代替 GB/T 13120—1996

食品容器及包装材料用聚酯树脂 及其成型品中锑的测定

Determination of antimony in polyester resin
and products for food containers and
packaging materials

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 13120—1996《食品容器及包装材料用聚酯树脂及其成型品中锑的测定方法》。

本标准与 GB/T 13120—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《食品容器及包装材料用聚酯树脂及其成型品中锑的测定》。
- 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。

本标准负责起草单位：上海市食品卫生监督检验所、辽宁省食品卫生监督检验所、上海市卢湾区卫生防疫站。

本标准第一法主要起草人：王旋、沈文、李敏、劳宝法。

本标准第二法主要起草人：沈文、方亚敏、张翠花。

原标准于 1991 年首次发布，1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

食品容器及包装材料用聚酯树脂及其成型品中锑的测定

1 范围

本标准规定了食品容器及包装材料用聚酯树脂及其成型品中微量锑的测定方法——石墨炉原子吸收光谱法和孔雀绿分光光度法。

本标准适用于热可塑性聚酯树脂及其成型品中锑的测定。也可用于搪瓷餐具、容器中锑的测定。

本标准第二法孔雀绿分光光度法的检出限为 $0.02 \mu\text{g/mL}$ 。

第一法 石墨炉原子吸收光谱法

2 原理

在盐酸介质中,经碘化钾还原后的三价锑和吡咯烷二硫代甲酸铵(APDC)络合,以 4-甲基戊酮-[2] (甲基异丁基酮 MIBK)萃取后,用石墨炉原子吸收分光光度计测定。

3 试剂

3.1 4%乙酸:量取 4 mL 乙酸,加水稀释至 100 mL。

3.2 6 mol/L 盐酸:量取 50 mL 盐酸,加水稀释至 100 mL。

3.3 100 g/L 碘化钾溶液:称取 10 g 碘化钾,加水至 100 mL(临用前配制)。

3.4 5 g/L 吡咯烷二硫代甲酸铵(APDC):称取 0.5 g APDC 置 250 mL 具塞锥形瓶内,加水 100 mL,振摇 1 min,过滤,滤液备用(临用前配制)。

3.5 4-甲基戊酮-[2](MIBK)。

3.6 锑标准储备液:称取 0.250 0 g 锑粉(99.99%),加 25 mL 浓硫酸,缓缓加热使其溶解,将此液定量转移至盛有约 100 mL 水的 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。此储备液每毫升相当于 0.5 mg 锑。

3.7 锑标准中间液:取储备液 1.00 mL,以水稀释至 100.0 mL。此中间液每毫升相当于 5 μg 锑。

3.8 锑标准使用液:取中间液 10.0 mL,以水稀释至 100.0 mL。此使用液每毫升相当于 0.5 μg 锑。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计。

4.2 石墨炉原子化器。

5 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 树脂(材质粒料)

称取 4.00 g(精确至 0.01 g)试样于 250 mL 具回流装置的烧瓶中,加入 90 mL 乙酸(3.1),接好冷凝管,在沸水浴上加热回流 2 h,立即用快速滤纸过滤,并用少量乙酸(3.1)洗涤滤渣,合并滤液后定容至 100 mL,备用。

5.1.2 成型品

按成型品表面积 1 cm^2 加入 2 mL 的比例,以乙酸(3.1)于 60°C 浸泡 30 min(受热容器则 95°C , 30 min),取浸泡液作为试样溶液备用。

5.2 标准曲线制作

取铈标准使用液 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL (相当于 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 μg 铈), 分别置于预先加有 20 mL 乙酸(3.1)的 125 mL 分液漏斗中, 以乙酸(3.1)补足体积至 50 mL。分别依次加入 2 mL 碘化钾溶液, 3 mL 盐酸(3.2), 混匀后放置 2 min, 然后分别加入 10 mL APDC 溶液, 混匀, 各加 10 mL MIBK。剧烈振摇 1 min, 静置分层, 弃除水相, 以少许脱脂棉塞入分液漏斗下颈部, 将 MIBK 层经脱脂棉滤至 10 mL 具塞试管中, 取 20 μL 有机相按仪器工作条件测定(仪器参考工作条件见表 1、表 2, 萃取后 4 h 内完成测定), 作吸光度-铈含量标准曲线。

表 1 仪器工作条件(供参考)

分析波长/nm	灯电流/mA	狭缝/nm	背景校正方式	测量方式	积分时间/s
231.2	20	L 0.7	塞曼/氘灯	峰面积	5

表 2 石墨炉工作条件(供参考)

步骤	温度/ $^{\circ}\text{C}$	升温时间/s	保持时间/s	气体流量/(mL/min)
干燥	120	10	10	300
灰化	1 000	10	10	300
原子化	2 400	3	2	0
清除	2 650	1	1	300

5.3 试样测定

取 5.1 中的试样溶液 50 mL, 置 125 mL 分液漏斗中, 另取 50 mL 乙酸(3.1)作试剂空白, 以下可按 5.2 中“分别依次加入 2 mL 碘化钾溶液……”操作。

5.4 结果计算

按式(1)计算:

$$X = \frac{A - A_0}{V} \times F \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——浸泡液或回流液中铈的含量, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

A ——所取样液中铈测得量, 单位为微克(μg);

A_0 ——试剂空白液中铈测得量, 单位为微克(μg);

V ——所取试样溶液的体积, 单位为毫升(mL);

F ——浸泡液或回流液稀释倍数(不稀释时 F 为 1)。

6 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 20%。

第二法 孔雀绿分光光度法

7 原理

五价铈离子能与三苯基甲烷染料孔雀绿(malachite green)形成有色络合物, 在一定 pH 介质中能被乙酸异戊酯萃取。然而只有五价铈才有可能与孔雀绿染料形成络合物。因此有必要先将体系中的铈离子, 全部还原成三价铈, 然后再氧化为五价铈离子, 达到定量络合萃取测定的目的。

8 试剂

8.1 无水硫酸钠: 分析纯。

8.2 乙酸异戊酯:分析纯。

8.3 氯化亚锡溶液:称取 12 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加 10 mL 浓盐酸加热溶解后,加水至 100 mL。

8.4 亚硝酸钠溶液:称取 20 g 亚硝酸钠(NaNO_2),加水溶解并稀释至 100 mL。

8.5 尿素水溶液(1+1)。

8.6 稀盐酸溶液:5 份浓盐酸加 1 份水。

8.7 孔雀绿溶液:称取 0.2 g 孔雀绿,加水溶解并稀释至 100 mL。

8.8 柠檬酸钠溶液:称取 20 g 柠檬酸钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$),加水溶解并稀释至 100 mL。

8.9 稀硫酸溶液:1 份浓硫酸加入 5 份水中。

8.10 磷酸:分析纯。

8.11 铈标准储备液:称取 0.250 0 g 铈粉,精确至 0.000 1 g,在小烧杯中加 25 mL 浓硫酸,缓缓加热使其溶解,定量转移至 500 mL 容量瓶,以水稀释至刻度,此储备液铈的浓度为 0.5 mg/mL。

8.12 铈标准使用液:取储备液 2 mL。以稀硫酸稀释至 100 mL,此使用液铈的浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

9 仪器

分光光度计。

10 分析步骤

10.1 试样处理

按 5.1 进行。

10.2 标准曲线制作

取铈标准使用液(8.12)0,0.1,0.3,0.5,0.7,1.0 mL(相当于 0,1.0,3.0,5.0,7.0,10.0 μg 铈),分别置于预先加有 4 mL 水、4 mL 稀盐酸(8.6)的 125 mL 分液漏斗中,加入氯化亚锡。溶液(8.3)2 滴,混匀,放置 5 min,加入 1 mL 亚硝酸钠溶液(8.4),混匀,并用橡胶吸球吹气,赶尽分液漏斗中的棕色氮氧化物气体,然后加入 2.5 mL 尿素水溶液(8.5),充分振摇混匀,然后放置溶液中再无气泡逸出。加入孔雀绿溶液(8.7)1 mL,加入 10 mL 柠檬酸钠(8.8),然后加入 5 mL 乙酸异戊酯(8.2),充分振摇 30 s,放置分层,弃除水相,有机相通过预先置有少许无水硫酸钠的小漏斗,经脱水后的有机相收集在小试管中,以零管作空白,用 1 cm 光程比色皿,在 628 nm 波长处进行测定,作吸光度-铈浓度标准曲线。

10.3 试样测定

取 5.1 中的试样溶液 50 mL,置蒸发皿中,加磷酸(8.10)2 滴,在微沸水浴上蒸发至近干(约残存 0.5 mL),用 4 mL 稀盐酸(8.6)分次洗皿内容物至预先已有 1 mL 水的分液漏斗中,再以 3 mL 水分次洗皿,洗涤液合并入分液漏斗中,加氯化亚锡(8.3)2 滴,混匀后放置 5 min。以下可按 10.2 中“加入 1 mL 亚硝酸钠溶液(8.4)……”操作。同时以 50 mL 4% 乙酸作试剂空白。

10.4 结果计算

按式(2)计算:

$$X = \frac{A - A_0}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X——浸泡液中铈的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

A——所取样液中铈测得量,单位为微克(μg);

A_0 ——试剂空白中铈测得量,单位为微克(μg);

V——所取试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

11 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 20%。



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.102—2003
代替 GB 14875—1994

植物性食品中辛硫磷农药残留量的测定

Determination of phoxim 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 14875—1994《食品中辛硫磷农药残留量的测定方法》。

本标准与 GB 14875—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《植物性食品中辛硫磷农药残留量的测定》；

——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、山西省农业科学院植物保护研究所、南京农业大学、新疆农业科学院原子能应用研究所。

本标准主要起草人：沈在忠、张临夏。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中辛硫磷农药残留量的测定

1 范围

本标准规定了谷类、蔬菜、水果中辛硫磷残留量的测定方法。

本标准适用于谷类、蔬菜、水果中辛硫磷农药的残留测定。

本标准检出限为 0.01 mg/kg。

2 原理

含有机磷的试样在富氢焰上燃烧,以氢磷氧(HPO)碎片的形式,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,分别记录标准和试样的峰高,以外标法定量试样的含量。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 石油醚。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 活性炭:用 3 mol/L 盐酸浸泡过夜,抽滤,用水洗至中性,在 120℃ 下烘干备用。

3.5 标准品

3.5.1 辛硫磷(phoxim):纯度 $\geq 99\%$ 。

3.5.2 标准溶液的配制:准确称取辛硫磷标准品,用丙酮溶解,配成 1 mg/mL 标准储备液,使用时用丙酮稀释成 1 μ g/mL 的标准使用液,贮藏于冰箱中。

4 仪器

4.1 气相色谱仪,带火焰光度检测器。

4.2 电动振荡器。

4.3 K-D 浓缩器。

4.4 索氏提取器。

4.5 具塞锥形瓶,250 mL。

4.6 分液漏斗,250 mL。

5 试样的制备

取谷物试样,经粉碎机粉碎,过 20 目筛后,制成谷物试样。取蔬菜和水果试样,丢掉非食部分后,剁碎或经组织捣碎机捣碎,制成蔬菜或水果试样。

6 分析步骤

6.1 提取和净化

6.1.1 谷物:称取谷物试样 20 g,精确至 0.001 g,置于具塞锥形瓶中,加入 50 mL 石油醚,避光浸提 5 h,抽滤,残渣用 100 mL 石油醚分三次洗涤,合并滤液过无水硫酸钠,于 K-D 浓缩器上浓缩,定容至 5 mL,待气相色谱分析。

6.1.2 蔬菜:称取蔬菜试样 50 g,精确至 0.001 g,置于具塞锥形瓶中,用石油醚-丙酮 1+1 溶液

100 mL避光浸提 12 h,后加 1 g~3 g(根据蔬菜色素含量)活性炭振荡 0.5 h,静置 5 min,抽滤,滤渣用 50 mL 丙酮洗涤,向滤液中加入 100 mL 2%硫酸钠水溶液,用 150 mL 石油醚分三次萃取,合并萃取液,浓缩并定容至 10 mL,待气相色谱分析。

6.1.3 水果:称取水果试样 25 g,加入 1.5 g 活性炭拌匀,用滤纸将试样包好,置于索氏提取器中,加入 120 mL 石油醚-丙酮(1+1),避光浸泡一夜后,在 60℃下回流 4 h,每小时 4 次~5 次,提取液转移到分液漏斗中,加入 30 mL 2%硫酸钠水溶液,振摇,分出石油醚层,水层用 30 mL 石油醚萃取二次,合并石油醚,通过无水硫酸钠,浓缩石油醚层,定容至 5 mL,待气相色谱分析。

6.2 气相色谱分析

6.2.1 气相色谱条件

6.2.1.1 色谱柱:玻璃柱,内径 3 mm,长 1 m,内装 5%OV-101/Chromosorb W. AW. DMCS 80 目~100 目。

6.2.1.2 气流速度:载气(N₂)80 mL/min,空气 60 mL/min,氢气 60 mL/min。

6.2.1.3 温度:柱温 175℃,进样口 185℃,检测器 200℃。

6.2.2 测定

6.2.2.1 定性:以辛硫磷标准品的保留时间定性。

6.2.2.2 定量:用外标法定量。

7 结果计算

按下式计算:

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

式中:

X——试样中辛硫磷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

E_s——注入的标准辛硫磷的量,单位为纳克(ng);

V₁——试样进样体积,单位为微升(μL);

V₂——最后定容体积,单位为毫升(mL);

h₁——标准试样的峰高,单位为毫米(mm);

h₂——试样的峰高,单位为毫米(mm);

m——试样质量,单位为克(g)。

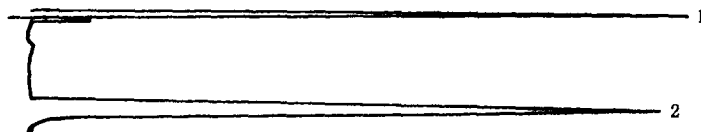
计算结果保留两位有效数字。

8 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 10%。

9 辛硫磷农药的色谱图

色谱图见图 1。



1——溶剂;

2——辛硫磷。

注:辛硫磷标准品的出峰时间为 4.83 min。

图 1