



中华人民共和国国家标准

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

Determination of carbamate pesticides multiresidues
in animal foods (HPLC)

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

本标准对应于 WHO/GEMS/FOOD 推荐的测定方法:Steinwandter, H.; 农药残留和工业化学物的提取和分析通用方法, Anal Chem(1985)322:752-754。

本标准与 WHO/GEMS/FOOD 推荐的测定方法的一致性程度为非等效。

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、北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人:李萍、王绪卿、吴国华、杨大进。

引 言

涕灭威、速灭威、呋喃丹、甲萘威、异丙威为我国常用的一类氨基甲酸酯类农药。由于动物性食品基质的特殊性,试样净化是测定方法的关键技术之一。本标准提出了以凝胶渗透净化技术的动物性食品中涕灭威、速灭威、呋喃丹、甲萘威、异丙威多组分残留量测定方法。

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

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定动物性食品中涕灭威、速灭威、呋喃丹、甲萘威、异丙威残留量。

本标准适用于肉类、蛋类及乳类食品中涕灭威、速灭威、呋喃丹、甲萘威、异丙威残留量测定。

本方法检出限分别为涕灭威 9.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，速灭威 7.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，呋喃丹 7.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，甲萘威 3.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，异丙威 13.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 原理

试样经提取、净化、浓缩、定容，微孔滤膜过滤后进样，用反相高效液相色谱分离，紫外检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

3 试剂

3.1 甲醇：重蒸。

3.2 丙酮：重蒸。

3.3 乙酸乙酯：重蒸。

3.4 环己烷：重蒸。

3.5 氯化钠。

3.6 无水硫酸钠。

3.7 蒸馏水：重蒸。

3.8 凝胶：Bio-Beads S-X₃ 200 目~400 目。

3.9 氨基甲酸酯类农药(NMCs)标准：涕灭威、甲萘威、呋喃丹、速灭威、异丙威纯度均大于 99%。

3.10 NMCs 标准溶液配制：将五种 NMCs 分别以甲醇配成一定浓度的标准储备液，冰箱保存。使用前取标准储备液一定量，用甲醇稀释配成混合标准应用液。5 种 NMCs 的浓度分别为涕灭威 6.0 mg/L、甲萘威 5.0 mg/L、呋喃丹 5.0 mg/L、速灭威 10.0 mg/L、异丙威 10.0 mg/L。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器及数据处理器。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 凝胶净化柱：长 50 cm，内径 2.5 cm 带活塞玻璃层析柱，柱底垫少量玻璃棉，用洗脱剂（乙酸乙酯+环己烷：1+1）浸泡过夜的凝胶以湿法装入柱中，柱床高约 40 cm，柱床始终保持在洗脱剂中。

5 试样制备

蛋品去壳，制成匀浆；肉品切块后，制成肉糜；乳品混匀后待用。

6 分析步骤

6.1 提取与分配

6.1.1 称取蛋类试样 20 g(精确到 0.01 g),于 100 mL 具塞三角瓶中,加水 5 mL(视试样水分含量加水,使总水量约 20 g。通常鲜蛋水分含量约 75%,加水 5 mL 即可),加 40 mL 丙酮,振摇 30 min,加氯化钠 6 g,充分摇匀,再加 30 mL 二氯甲烷,振摇 30 min。取 35 mL 上清液,经无水硫酸钠滤于旋转蒸发瓶中,浓缩至约 1 mL,加 2 mL 乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液再浓缩,如此重复 3 次,浓缩至约 1 mL。

6.1.2 称取肉类试样 20 g(精确到 0.01 g),加水 6 mL(视试样水分含量加水,使总水量约 20 g。通常鲜肉水分含量约 70%,加水 6 mL 即可),以下按照 6.1.1 蛋类试样的提取、分配步骤处理。

6.1.3 称取乳类试样 20 g(精确到 0.01 g。鲜乳不需加水,直接加丙酮提取。)以下按照 6.1.1 蛋类试样的提取、分配步骤处理。

6.2 净化

将此浓缩液经凝胶柱以乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液洗脱,弃去 0 mL~35 mL 流分,收集 35 mL~70 mL 流分。将其旋转蒸发浓缩至约 1 mL,再经凝胶柱净化收集 35 mL~70 mL 流分,旋转蒸发浓缩,用氮气吹至约 1 mL,以乙酸乙酯定容至 1 mL,留待 HPLC 分析。

6.3 高效液相色谱测定

6.3.1 色谱条件

6.3.1.1 色谱柱:Altima C₁₈ 4.6 mm×25 cm。

6.3.1.2 流动相,甲醇+水(60+40);流速 0.5 mL/min。

6.3.1.3 柱温:30℃。

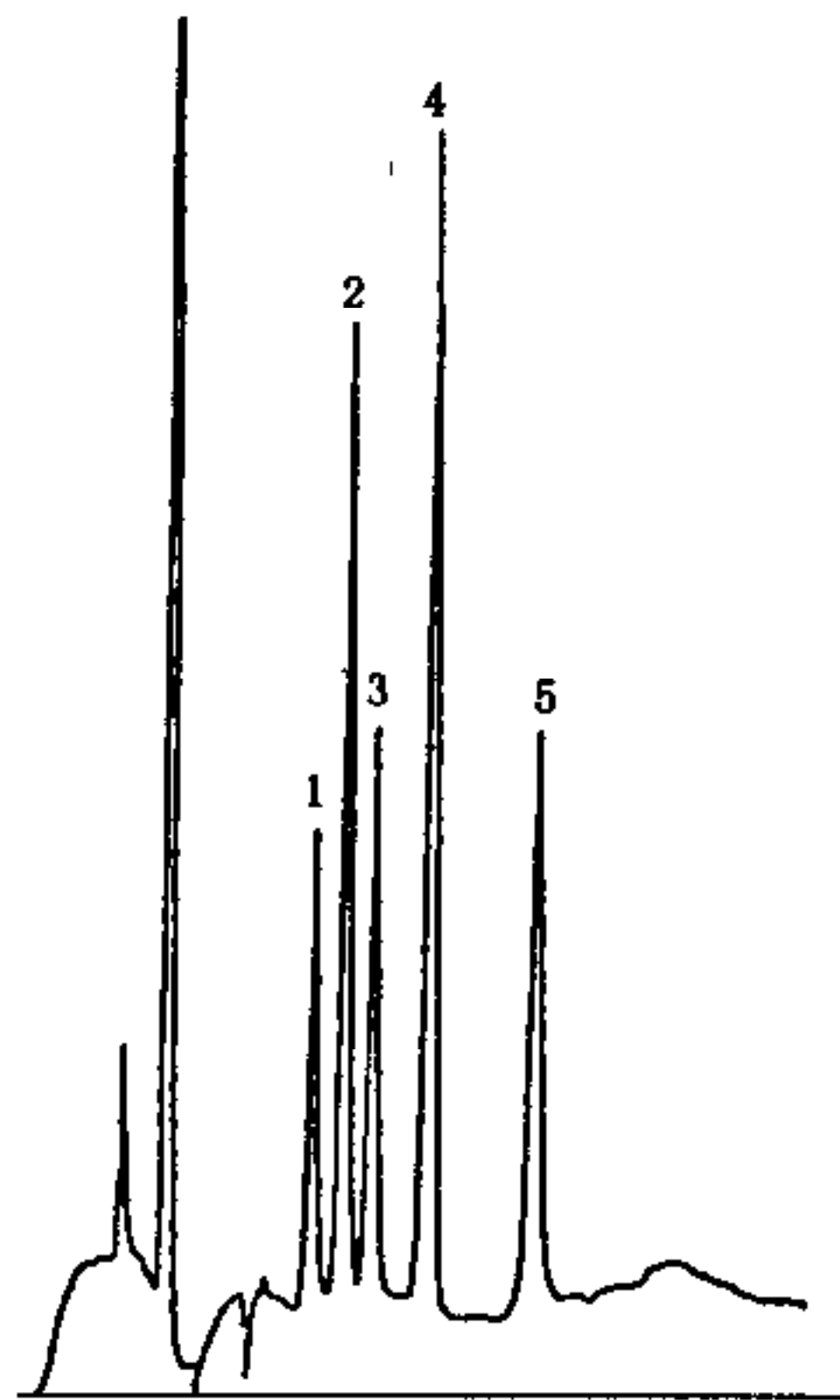
6.3.1.4 紫外检测波长为 210 nm。

6.3.2 测定

将仪器调至最佳状态后,分别将 5 μL 混合标准溶液及试样净化液注入色谱仪中,以保留时间定性,以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

6.3.3 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——涕灭威;
- 2——速灭威;
- 3——呋喃丹;
- 4——西维因;
- 5——异丙威。

图 1 氨基甲酸酯农药标准色谱图

7 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{m_1 \times V_2 \times 1\,000}{m \times V_1 \times 1\,000}$$

式中:

X ——试样中各农药的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——被测样液中各农药的含量,单位为纳克(ng);

m ——试样质量,单位为克(g);

V_1 ——样液进样体积,单位为微升(μL);

V_2 ——试样最后定容体积,单位为毫升(mL);

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15%。
