

GB/T 18630—2002

(A.1.2)于梯度混合器的初始液瓶中,加 150 mL 0.1 mol/L pH6.0 磷酸缓冲液(A.1.1)于梯度混合器的高浓度液瓶中。连接柱层析装置,以 2 mL/min 流速做梯度洗脱,收集后 1/2 流出液。

A.3.4 冷冻干燥

将 A.3.3 中的流出液用冷冻干燥机干燥成干粉,以 0.2 g/瓶封装于安瓿瓶中备用。置 4℃ 冰箱中可保存 1 年有效。

GB/T 18630—2002

ICS 67.040
C 53

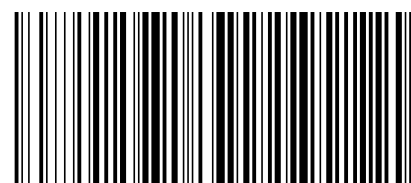


中华人民共和国国家标准

GB/T 18630—2002

蔬菜中有机磷及氨基甲酸酯农药 残留量的简易检验方法 酶抑制法

Method for simple determination of
organophosphorus and carbamate pesticide
residues in vegetables—Enzyme inhibition method



GB/T 18630—2002

版权专有 侵权必究

书号:155066·1-18315

定价: 8.00 元

2002-01-28 发布

2002-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

附 录 A
(规范性附录)
胆碱酯酶粉的制备

A.1 试剂

A.1.1 0.1 mol/L pH6.0 磷酸缓冲液

0.1 mol/L 磷酸氢二钠溶液:17.56 g 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 1 000 mL 水。

0.1 mol/L 磷酸二氢钠溶液:13.80 g 磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 1 000 mL 水。

将 12.3 mL 0.1 mol/L 磷酸氢二钠溶液与 87.7 mL 0.1 mol/L 磷酸二氢钠溶液混合,即为 0.1 mol/L pH6.0 磷酸缓冲液。

A.1.2 0.005 mol/L pH6.0 磷酸缓冲液

取 50 mL 0.1 mol/L pH6.0 磷酸缓冲液(A.1.1)液加水稀释至 1 000 mL。

A.1.3 0.5 mol/L 氢氧化钠-0.5 mol/L 氯化钠溶液

1.0 mol/L 氢氧化钠溶液:取 40 g 氢氧化钠溶于 1 000 mL 水中。

1.0 mol/L 氯化钠溶液:取 58.5 g 氯化钠溶于 1 000 mL 水中。

将上两液 1:1 混合,即得 0.5 mol/L 氢氧化钠-0.5 mol/L 氯化钠溶液。

A.1.4 0.5 mol/L 盐酸-0.5 mol/L 氯化钠溶液

1.0 mol/L 盐酸溶液:取 83.33 mL 浓盐酸溶于 1 000 mL 水中。

将 1.0 mol/L 盐酸溶液与 1.0 mol/L 氯化钠溶液 1:1 混合,即得 0.5 mol/L 盐酸-0.5 mol/L 氯化钠溶液。

A.1.5 羧甲基纤维素(CM-纤维素)干粉

A.2 装置

A.2.1 梯度混合器:两瓶连通式,每瓶容量 200 mL。

A.2.2 柱层析系统:1.5×40 cm 玻璃层析柱,流量可达 2 mL/min 蠕动泵。

A.2.3 冷冻干燥机。

A.3 程序

A.3.1 羧甲基纤维素的处理

取 10 g 羧甲基纤维素(CM-纤维素)干粉置于烧杯中,加入 100 mL 0.5 mol/L 氢氧化钠-0.5 mol/L 氯化钠溶液,混匀,静置 15 min 后,用布氏漏斗抽滤,水洗滤饼至中性。将此滤饼再悬浮于 100 mL 1 mol/L 盐酸溶液中,混匀,静置 10 min 后再用布氏漏斗抽滤,水洗滤饼至中性。再将滤饼悬浮于 100 mL 0.5 mol/L 盐酸-0.5 mol/L 氯化钠溶液中,混匀,静置 15 min 后用布氏漏斗抽滤,水洗滤饼至中性。将滤饼悬浮于 0.005 mol/L pH6.0 磷酸缓冲液(A.1.2)中。

A.3.2 胆碱酯酶的提取

取 50 g 新鲜食用面粉置三角瓶中,加 250 mL 蒸馏水,振荡 30 min。

静置 30 min 以上,取上清液经 5 000 r/min 离心 20 min。

收集上清液用冷冻干燥机浓缩至 20 mL 左右,为胆碱酯酶粗提液,保存于冰箱中待纯化。

A.3.3 胆碱酯酶粗提液的纯化

将处理好的羧甲基纤维素悬浮液加入层析柱中,加 150 mL 0.005 mol/L pH6.0 磷酸缓冲液

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
蔬菜中有机磷及氨基甲酸酯农药
残留量的简易检验方法 酶抑制法
GB/T 18630—2002

*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 10 千字
2002 年 4 月第一版 2002 年 4 月第一次印刷
印数 1—3 000

*
书号:155066·1-18315 定价 8.00 元
网址 www.bzcsb.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

5 分析步骤

以下操作可在 15℃~30℃ 温度下进行。

5.1 试样的制备

蔬菜样品擦去表面泥水,取代表性食部,剪碎,取 2 g 置于 10 mL 烧杯中,加 5 mL 丙酮浸泡 5 min,不时振摇,加 0.2 g 碳酸钙(对于番茄等酸性较强的样品可加 0.3~0.4 g)。若颜色较深,可加 0.2 g 活性炭,摇匀,过滤。

5.2 氧化

取 0.5 mL 丙酮滤液于 5 mL 烧杯中,吹干丙酮后,加 0.3 mL 缓冲液溶解。加入氧化剂 0.1 mL,摇匀后放置 10 min。再加入还原剂 0.3 mL,摇匀。

5.3 酶解

加入酶液 0.2 mL,摇匀,放置 10 min,再加入底物溶液 0.2 mL,显色剂 0.1 mL,放置 5 min 后测定。

5.4 测定

分光光度计波长调至 600 nm,其他按常规操作,读取测定值。

6 结果的表述

6.1 测定结果的使用

当测定值在 0.7 以下时,为未检出。

当测定值在 0.7~0.9 之间时,为可能检出,但残留量较低。

当测定值为 0.9 以上时,为检出。

测定值与农药残留量正相关,测定值越高时,说明农药残留量越高。

6.2 方法最低检出浓度

本方法最低检出浓度见表 1。

表 1 最低检出浓度

单位为毫克每千克

| 农药 | 西红柿 | 黄瓜 | 茼蒿 | 生菜 | 甘蓝 |
|-------|-----|-----|-----|-----|-----|
| 抗蚜威 | 0.1 | 0.2 | 0.1 | 0.1 | 0.3 |
| 伏杀磷 | 0.3 | 0.6 | 0.2 | 0.5 | 0.5 |
| 敌敌畏 | 1.0 | 0.8 | 0.8 | 1.0 | 1.3 |
| 内吸磷 | 0.5 | 1.0 | 0.5 | 1.0 | 1.0 |
| 辛硫磷 | 0.5 | 0.4 | 0.4 | 0.5 | 1.0 |
| 西维因 | 1.0 | 1.0 | 0.5 | 0.5 | 0.5 |
| 甲拌磷 | 1.0 | 1.0 | 0.5 | 0.2 | 0.5 |
| 敌百虫 | 0.3 | 0.8 | 0.3 | 0.4 | 1.0 |
| 乐果 | 0.5 | 0.5 | 0.4 | 0.4 | 1.5 |
| 甲基对硫磷 | 0.5 | 0.3 | 0.3 | 0.1 | 0.1 |
| 乙酰甲胺磷 | 0.5 | 1.0 | 0.2 | 0.1 | 0.5 |
| 对硫磷 | 2.1 | 1.0 | 5.0 | 4.5 | 4.5 |
| 氧化乐果 | 0.1 | 0.3 | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| 呋喃丹 | 3.0 | 3.0 | 2.0 | 2.0 | 3.0 |
| 甲胺磷 | 10 | 15 | 12 | 15 | 15 |
| 二嗪磷 | 1.0 | 3.5 | 3.0 | 2.0 | 3.0 |

前 言

本标准在制定过程中主要参考了以下标准:

食品中有机磷农药残留测定 胆碱酯酶抑制法(AOAC 12th 29.049-29.055)

本标准的附录 A 是规范性附录。

本标准由辽宁省质量技术监督局提出。

本标准由沈阳农业大学、沈阳市质量技术监督局苏家屯分局负责起草。

本标准主要起草人:周艳明、高淑英、张会娟、王晓光、李亮亮、李海峰、吴小琳、牛森。