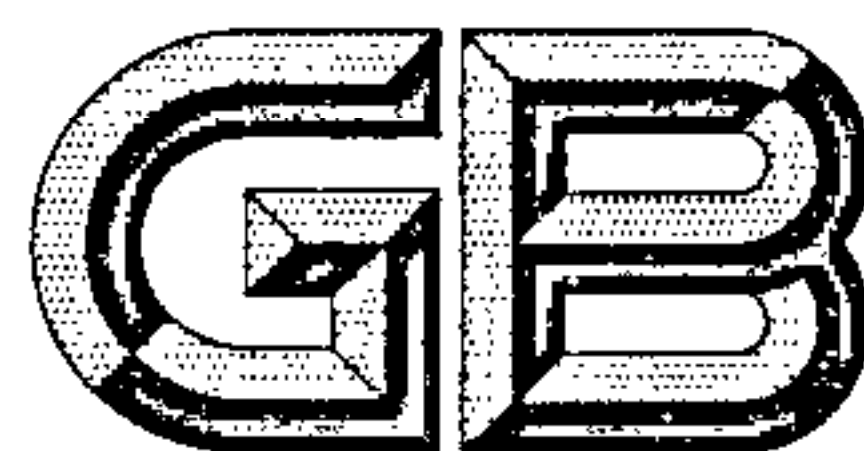




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.106—2003
代替 GB 14879—1994

植物性食品中二氯苯醚菊酯残留量 的测定

Determination of permethrin 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 14879—1994《食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定方法》。

本标准与 GB 14879—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《植物性食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定》；
- 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：北京农业大学、北京农林科学院、浙江农业大学、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人：明九雪、郑德荣、朱国念、沈在忠。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定

1 范围

本标准规定了植物性食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜、水果中二氯苯醚菊酯残留量的测定。

2 原理

电子捕获检测器对于电负性强化合物具有较高的灵敏度。在试样中,这些化合物经提取、净化后,用气相色谱电子捕获检测器检测,试样的峰高(面积)和标准试样的峰高(面积)相比,计算出试样相当的含量。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 石油醚。

3.3 乙酸乙酯。

3.4 氯化钠。

3.5 无水硫酸钠。

3.6 弗罗里硅土(60目~80目),使用前在130℃下活化24 h,保存于干燥器中。

3.7 二氯苯醚菊酯标准溶液:精密称取二氯苯醚菊酯标准品,用甲苯配成贮备液,放于冰箱中保存。

3.8 二氯苯醚菊酯使用液:将贮备液稀释到一定的浓度,于冰箱中保存备用。

4 仪器

4.1 气相色谱仪,带⁶³Ni ECD。

4.2 组织捣碎机。

4.3 索氏提取器。

4.4 旋转蒸发器。

4.5 层析柱,1 cm(内径)×17 cm。

5 分析步骤

5.1 提取

5.1.1 水果、蔬菜:称取切碎的试样50 g,置于组织捣碎机中,加入丙酮80 mL,捣碎2 min,用布氏漏斗抽滤,残渣用少量丙酮冲洗,收集全部滤液于500 mL分液漏斗中,加入200 mL 20 g/L氯化钠溶液,用石油醚(50、25、25 mL)萃取三次,石油醚层过无水硫酸钠层干燥,用旋转蒸发器浓缩至1 mL~3 mL,待净化。

5.1.2 谷物:称取粉碎的试样20 g,放入滤纸筒内,在索氏提取器中用100 mL丙酮+石油醚1+1混合液抽提4 h,冷却后转入500 mL分液漏斗中,以下步骤与水果、蔬菜相同。

5.2 净化

在层析柱底部垫少许脱脂棉(经2%乙酸乙酯石油醚混合液浸提处理),再从下至上,装入2 cm无水硫酸钠,加4 g弗罗里硅土,顶部再装2 cm无水硫酸钠,稍稍振动使之充实,用10 mL 2%或5%乙酸乙酯石油醚溶液预淋层析柱,弃去预淋液,将浓缩的试样提取液倒入柱中,用上述溶剂70 mL淋洗,收

集全部淋洗液,浓缩后定容,进行气相色谱分析。

5.3 色谱条件

5.3.1 色谱柱:玻璃柱,3 mm(内径)×0.5 m,内装 3%OV-101+3%Apizon/Gas Chrom Q。

5.3.2 柱温度:230℃。

5.3.3 进样口温度:240℃。

5.3.4 检测器温度:250℃。

5.3.5 气流速度:载气,氮气 70 mL/min。

5.4 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 分别注入气相色谱仪中,可测得不同浓度二氯苯醚菊酯标准溶液的峰高。同时取试样溶液 2 μL~5 μL 注入气相色谱仪中,测得的峰高与标准溶液的峰高相比,计算相应的含量。

5.5 计算

按下式计算:

$$c_x = \frac{h_x \cdot c_s \cdot Q_s \cdot V_x}{h_s \cdot m \cdot Q_x}$$

式中:

c_x ——试样中农药含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

h_x ——试样溶液峰高,单位为毫米(mm);

c_s ——标准溶液浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

Q_s ——标准溶液进样量,单位为微升(μL);

V_x ——试样的浓缩定容体积,单位为毫升(mL);

h_s ——标准溶液峰高,单位为毫米(mm);

m ——试样称样量,单位为克(g);

Q_x ——试样溶液的进样量,单位为微升(μL)。

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 15%。

7 色谱图

二氯苯醚菊酯色谱图见图 1。

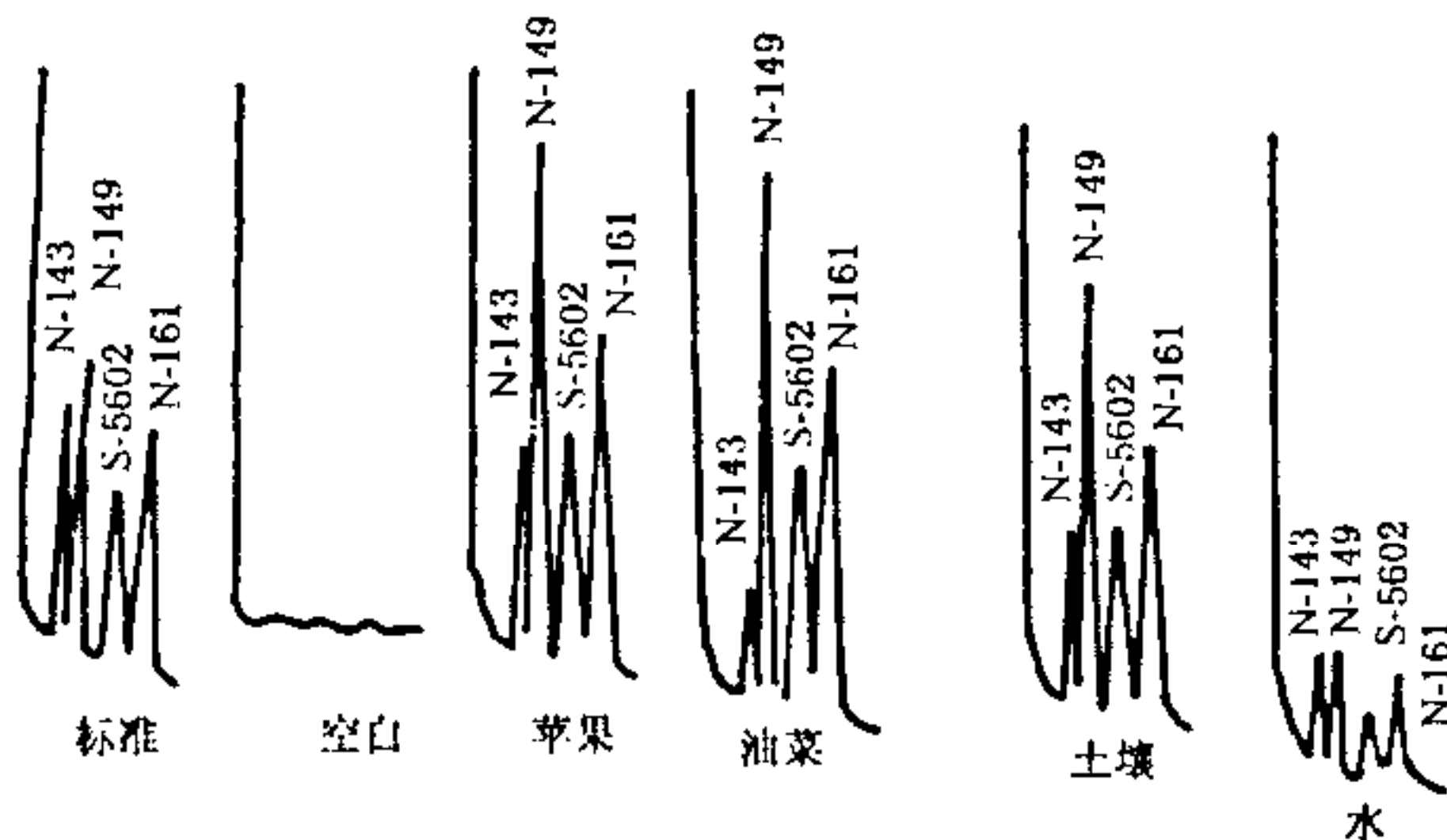


图 1 二氯苯醚菊酯色谱图