



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.147—2003
代替 GB/T 17333—1998

植物性食品中除虫脲残留量的测定

Determination of diflubenzuron 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/T 17333—1998《食品中除虫脲残留量的测定》。

本标准与 GB/T 17333—1998 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《植物性食品中除虫脲残留量的测定》；
- 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：吉林省卫生防疫站。

本标准主要起草人：高斌富、杨明远、边疆、王岙、张冠英。

原标准于 1998 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中除虫脲残留量的测定

1 范围

本标准规定了植物性食品中除虫脲残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜、水果中除虫脲的测定。

本标准检出限为 0.40 ng, 若取样 2.5 g, 检出浓度为 0.04 mg/kg。

本标准线性范围: 1 ng~10 ng。

2 原理

试样中的除虫脲经提取、净化后, 用具有紫外检测器的高效液相色谱仪测定, 与标准溶液比较定性定量。

3 试剂

3.1 二氯甲烷。

3.2 石油醚: 沸程 30℃~60℃。

3.3 甲醇。

3.4 提取液: 二氯甲烷-石油醚(3+4)。

3.5 液相色谱流动相: 甲醇-水(75+25)。

3.6 硅镁吸附剂型预处理小柱(见图 1)。

3.7 除虫脲标准溶液: 准确称取 0.010 0 g 除虫脲标准品(diflubenzuron, 纯度>98%)用二氯甲烷溶解并转入 100 mL 容量瓶, 用二氯甲烷定容, 得到 100 μg/mL 的标准贮备液, 稀释 100 倍后得到 1 μg/mL 的标准使用液。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪: 具有紫外检测器。

4.2 25 mL 比色管。

4.3 K-D 浓缩器的梨形瓶。

4.4 高速分散器。

4.5 电动离心机: 10 000 r/min。

4.6 具磨口塞离心管。

4.7 10 μL 微量注射器。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 试样的粉碎

粮食类试样经粉碎机粉碎后, 过 40 目筛, 蔬菜和水果类试样经组织捣碎机捣碎成浆状。

5.1.2 试样的提取

称取 2.5 g 精确至 0.001g 粉碎混匀的试样于 50 mL 具塞离心管中, 加 10 mL 提取液, 在高速分散器上分散 5 min, 加塞浸泡 30 min, 再分散 5 min, 以 2000 r/min 离心 5 min, 转移上清液于 25 mL 比色管; 加 5 mL 提取液于沉淀中, 分散、离心后, 上清液并入 25 mL 比色管; 再重复一次, 上清液也并入

25 mL比色管,用提取液定容至 25 mL,得到试样提取液。

5.1.3 试样提取液的净化

先以 10 mL 石油醚自然流经预处理小柱,再用 5 mL 二氯甲烷淋洗小柱,弃去流出液,然后取 10 mL 试样提取液,使其自然流经小柱,流出液收集在浓缩器的梨形瓶中;再用 15 mL 二氯甲烷淋洗小柱,流出液并入上述梨形瓶中。于通风橱中,40℃水浴下,氮气流吹尽梨形瓶中的溶剂,加盖,置于阴凉处保存。

5.2 液相色谱参考条件

不锈钢柱:200 mm × 4.6 mm(内径);固定相: C₁₈ (5 μm);流动相: 甲醇-水(75 + 25);流速:1 mL/min。

5.3 标准曲线绘制

取除虫脲标准使用液 0,1,2,3,5,7,10 μL(除虫脲含量分别为 0,1,2,3,5,7,10 ng),注入色谱测定,利用被测成分浓度对峰高制备标准曲线。

5.4 测定

加 1 mL 二氯甲烷于 K-D 浓缩器的梨形瓶中使试样残渣溶解,取 10 μL 立即注入色谱仪测定。计算峰面积或峰高,利用标准曲线计算试样溶液中除虫脲的浓度。

5.5 结果计算

试样中除虫脲的含量按下式计算。

$$X = \frac{\rho \cdot V_3 \cdot \frac{V_1}{V_2}}{m}$$

式中:

X——植物性食品中除虫脲的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ——利用标准曲线算得的试样溶液中除虫脲的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V₁——试样提取液的定容体积,单位为毫升(mL);

V₂——上柱的试样提取液的体积,单位为毫升(mL);

V₃——溶解试样所用的溶剂体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示:计算结果保留两位有效数字。

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 液相色谱参考图

见图 1。

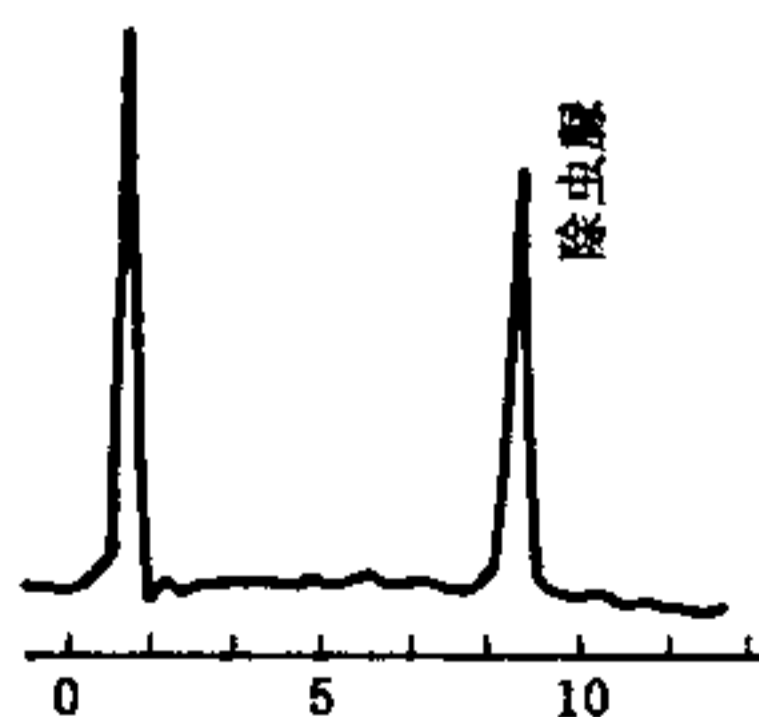


图 1 除虫脲的标准色谱图