

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.135—2003
代替 GB/T 16340—1996

植物性食品中灭幼脲残留量的测定

Determination of chlorbenzuron residues in vegetable foods

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

本标准代替 GB/T 16340—1996《食品中灭幼脲残留量的测定》。

本标准与 GB/T 16340—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《植物性食品中灭幼脲残留量的测定》；
- 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：吉林省卫生监测检验中心。

本标准主要起草人：高斌富、金秀华、方赤光、张唯、常新。

原标准于 1996 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

灭幼脲(1-邻氯苯甲酰基-3-(4-氯苯基脲))是一种昆虫己丁质合成抑制剂农药,是高效低毒的杀虫剂,广泛用于小麦、玉米、甘蓝、油菜、柑桔等食品中,GB 15195—1994《食品中灭幼脲的最大残留限量标准》规定了食品中灭幼脲的最大残留限量为 3 mg/kg,本标准是为之配套的检验方法。

植物性食品中灭幼脲残留量的测定

1 范围

本标准规定了植物性食品中灭幼脲残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜、水果中灭幼脲的测定。

本方法检出限为 0.3 ng；检出浓度为：0.03 mg/kg；线性范围：1 ng~10 ng。

2 原理

试样中的灭幼脲经提取、净化后，用具有紫外检测器的高压液相色谱仪测定，与标准溶液比较定量。

3 试剂

3.1 二氯甲烷。

3.2 石油醚：沸程 30℃~60℃。

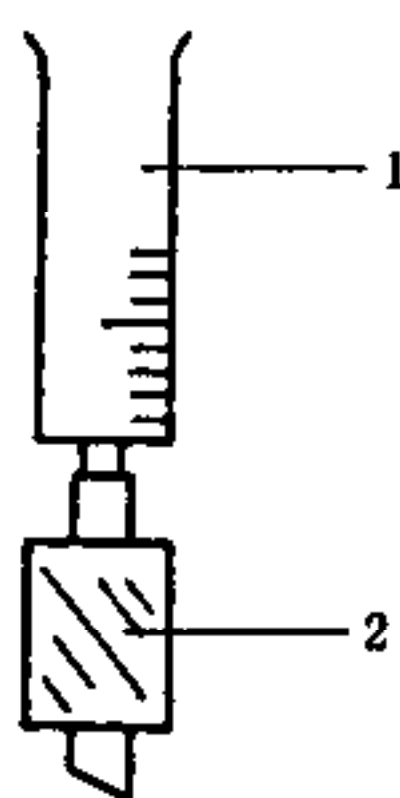
3.3 甲醇。

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 灭幼脲标准溶液：准确称取 0.010 0 g 灭幼脲标准品(纯度>98%)用二氯甲烷溶解并转移到 100 mL 容量瓶，用二氯甲烷定容，得到 100 μg/mL 的标准储备液，稀释 100 倍后得到 1 μg/mL 的标准使用液。



1——注射器；
2——预处理小柱。

图 1 预处理装置

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破碎成浆状。

5.1.2 试样的提取

称取 2.500 g(精确至 0.001 g)粉碎混匀的试样于 50 mL 具塞离心管中,加 10 mL 提取液,在电动离心机上,以 10 000 r/min 速度,分散 5 min,加塞浸泡 30 min,再分散 5 min,以 2 000 r/min 离心 5 min,转移上清液于 25 mL 比色管中;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

先用 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(见图 1),弃去流出液,然后取 10 mL 试样浸出液,使其自然流经小柱,流出液收集在 K-D 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,氮气流吹干梨形瓶中的溶剂,加盖,置于阴凉处保存。

5.2 高效液相色谱参考条件

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

取灭幼脲标准使用液 0,1,2,3,5,7,10 μL(灭幼脲含量分别为 0,1,2,3,5,7,10 ng)注入色谱仪测定,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,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后,取 10 μL 立即注入色谱仪测定。计算峰面积或峰高,利用标准曲线计算进样前试样溶液中灭幼脲的浓度。

5.5 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{c \times V_3 \times \frac{V_1}{V_2}}{m}$$

式中:

X——食品中灭幼脲的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c——利用标准曲线算得的试样残渣溶液中灭幼脲的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V₁——试样浸出液的定容体积,单位为毫升(mL);

V₂——上柱的试样浸出液的体积,单位为毫升(mL);

V₃——溶解试样残渣所用的溶剂体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

6 精确度

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

色谱参考图见图 2。

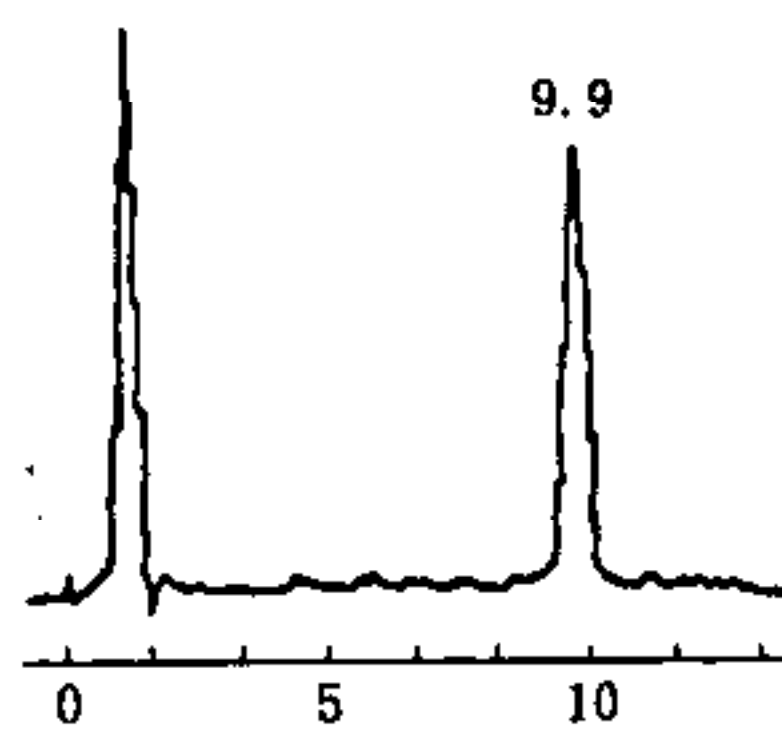


图 2 灭幼脉的标准色谱图