



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.105—2003
代替 GB 14878—1994

黄瓜中百菌清残留量的测定

Determination of chlorothalonil residues in cucumber

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 14878—1994《食品中百菌清残留量的测定方法》。

本标准与 GB 14878—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《黄瓜中百菌清残留量的测定》；
- 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：河北农业大学植保系农药残留组、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人：石键、沈在忠。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

黄瓜中百菌清残留量的测定

1 范围

本标准规定了黄瓜中百菌清残留量的测定方法。

本标准适用于使用过百菌清农药的黄瓜的残留量的测定。

本标准在黄瓜上的检出限为 0.12×10^{-11} g, 检出浓度为 0.048 mg/kg。

2 原理

试样中的百菌清经提取、净化后用具有电子捕获检测器的气相色谱仪测定, 与标准比较定量。百菌清含有电负性较强的氯原子, 采用电子捕获检测器定量测定, 计算出百菌清的含量。

3 试剂

3.1 弗罗里硅土(60目~80目)。

3.2 无水硫酸钠, 分析纯。

3.3 丙酮, 分析纯。

3.4 丁酮, 分析纯。

3.5 环己烷, 分析纯。

3.6 磷酸, 分析纯。

3.7 百菌清标准溶液: 精密称取百菌清(chlorothalonil)标准品, 用环己烷配成标准贮备液, 存放于冰箱中。

3.8 百菌清标准使用液: 将贮备液稀释到 $0.1 \mu\text{g}/\text{mL}$, 存放在冰箱中备用。

4 仪器

4.1 气相色谱仪, 具有 ^{63}Ni ECD。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 组织捣碎机。

4.4 层析柱, 1 cm (内径) $\times 20 \text{ cm}$ 。

4.5 分液漏斗, 250 mL 。

4.6 圆底烧瓶, 150 mL 。

5 分析步骤

5.1 提取

称取 25 g(精确至 0.001 g)黄瓜匀浆, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 60 mL 丙酮及 50%磷酸 2 mL, 充分振摇 2 min, 过滤, 用 20 mL 丙酮洗涤锥形瓶 2 次, 滤液全部移入 250 mL 分液漏斗中, 并加入 20 g/L 硫酸钠溶液 100 mL, 摇匀后用环己烷 60 mL 提取三次, 静置分层后, 提取液经无水硫酸钠漏斗干燥, 减压浓缩至 5 mL 待净化。

5.2 净化

将层析柱底部垫少许脱脂棉, 依次装入 2 cm 无水硫酸钠, 7 g 弗罗里硅土, 2 cm 无水硫酸钠, 敲实并成一平面。然后用 15 mL 环己烷预淋层析柱, 弃去预淋液。将浓缩的试样提取液倒入柱中, 用 100 mL 环己烷-丁酮(20+1)混合液淋洗, 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:长 1.5 m、内径 3 mm 的玻璃柱。填装涂有 1.5%OV-17+2.5%OV-210 的 Chromosorb W HP(80 目~100 目)。

5.3.2 柱箱温度:194℃。

5.3.3 检测器温度:255℃。

5.3.4 汽化室温度:260℃。

5.3.5 脉冲选择:1。

5.3.6 输出衰减:4。

5.3.7 输出高阻:10 Ω。

5.3.8 高纯氮(99.99%):流速 30 mL/min。

5.3.9 纸速:5 mm/min。

5.4 测定

根据仪器灵敏度将标准使用液 1 μL~10 μL 注入气相色谱仪中,测得不同浓度百菌清标准溶液的峰高。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 结果计算

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 ——试样中百菌清含量,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)。

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 10%。

7 色谱图

色谱图见图 1。

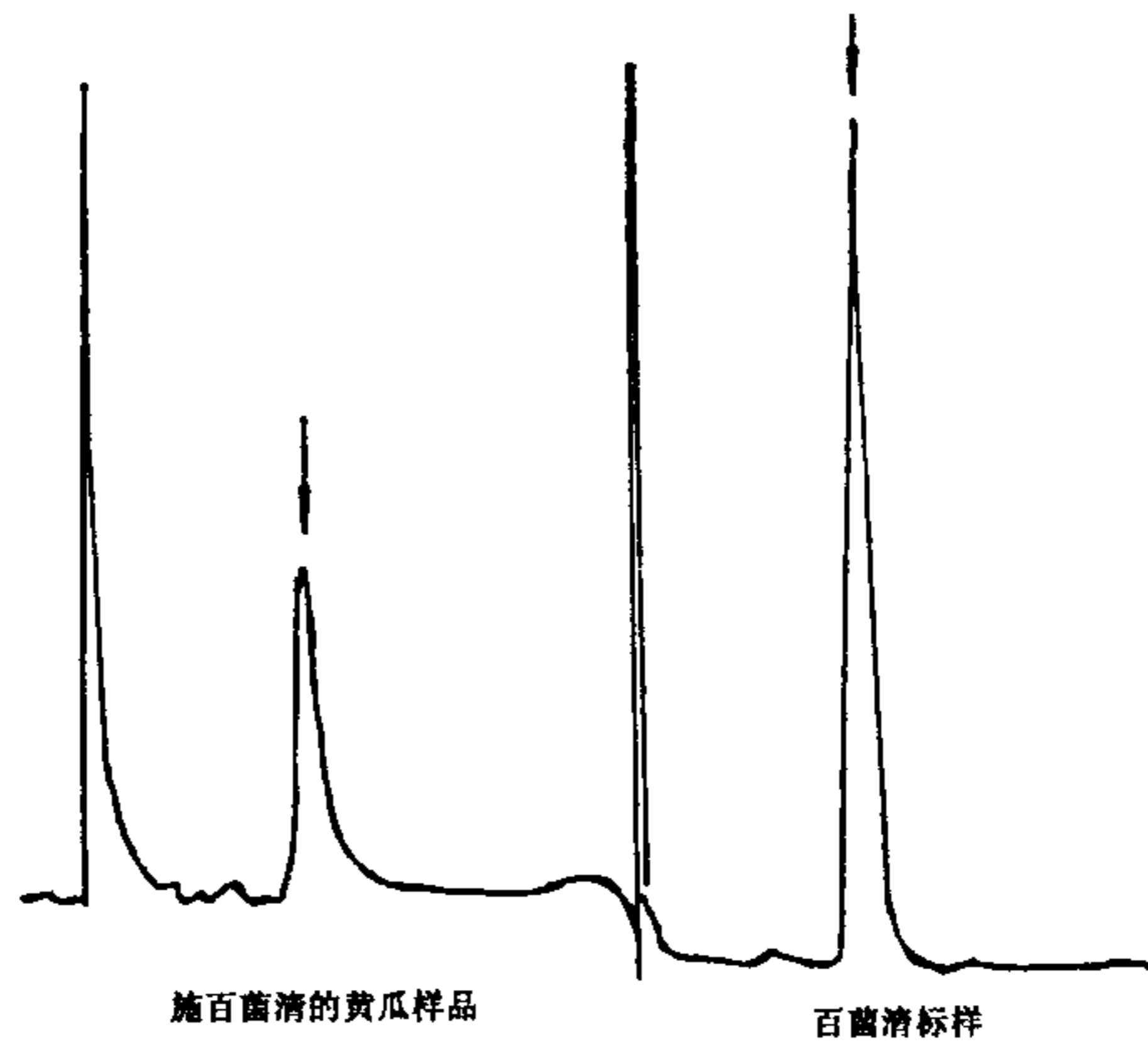


图 1 百菌清色谱图