

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.126—2003
代替 GB/T 14973—1994

植物性食品中三唑酮残留量的测定

Determination of triadimefon 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 14973—1994《食品中粉锈宁残留量的测定方法》。

本标准与 GB/T 14973—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《植物性食品中三唑酮残留量的测定》；
- 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：江苏农学院。

本标准主要起草人：刘臣辉、龚荐。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中三唑酮残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食、蔬菜和水果中三唑酮残留量的测定方法。

本标准适用于使用过三唑酮的粮食、蔬菜和水果的残留量的测定。

本方法中三唑酮的检出限为 2.8×10^{-10} g。

2 原理

试样中三唑酮残留物经提取、净化后用气相色谱法测定。

氮磷检测器对含氮化合物具有较好的灵敏度。三唑酮及其主要代谢物羟锈宁与铷盐蒸汽相作用,产生 CN^- 离子流,使检测器收集极的电信号发生变化,这种变化过程被记录下来。试样色谱图上三唑酮和羟锈宁的峰高与标样色谱图相比,计算出三唑酮残留量。

出峰顺序:三唑酮,羟锈宁。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 二氯甲烷。

3.3 氯化钠。

3.4 无水硫酸钠,600℃烘 4 h 备用。

3.5 活性炭。

3.6 三氯甲烷。

3.7 弗罗里硅土(Florisil)60 目~100 目。650℃烘 5 h,加 3.5%水脱活,稳定 4 d~6 d。

3.8 农药标准溶液

精密称取三唑酮(triadimefon)和羟锈宁(triadimenol)标准品各 50.00 mg,加丙酮溶解,分别定容至 100.0 mL,作为贮备液,放在冰箱中保存。此溶液每毫升相当于三唑酮或羟锈宁 500 μ g。

临用时吸取三唑酮和羟锈宁贮备液等量混合,用丙酮逐级稀释为使用液,三唑酮和羟锈宁浓度一般为 1.00 μ g/mL。

4 仪器

4.1 小型粮食粉碎机。

4.2 高速组织捣碎机。

4.3 超声波发生器或往返式振荡器。

4.4 旋转蒸发器。

4.5 气相色谱仪,具有氮磷检测器和微机处理机。

5 分析步骤

5.1 提取

5.1.1 粮食:称 30.0 g 粉碎后过 60 目的试样,置于 500 mL 具塞三角瓶中,加入 80 mL 丙酮和 20 mL 蒸馏水,静置过夜后用振荡器提取 1 h,抽滤,残渣用 30 mL、30 mL 丙酮洗涤,合并提取液和洗涤液,在旋转蒸发器上浓缩(水浴 40℃~45℃,下同),除去大部分丙酮,然后移至 250 mL 分液漏斗中,依次加入

50 mL 蒸馏水、10 mL 饱和氯化钠水溶液、40 mL 二氯甲烷,振摇 2 min,静置分层,下层有机相移至三角烧瓶中,水相用 20 mL 二氯甲烷再提取一次,弃去水相,将合并的有机相经无水硫酸钠脱水(无水硫酸钠 10 g 左右)后收集在 250 mL 梨形瓶中,置旋转蒸发器上浓缩近干,取下梨形瓶,置水浴上使二氯甲烷挥发干,用少量丙酮多次洗涤梨形瓶内壁,洗涤液收集至刻度试管中,用丙酮定容至 5 mL,供气相色谱测定。

5.1.2 瓜果和蔬菜:称取经组织捣碎机捣碎的试样匀浆 50.0 g 于 500 mL 具塞三角瓶中,加活性炭 1 g,丙酮 80 mL,摇匀,置超声波发生器上提取 10 min,抽滤,残渣加 100 mL 丙酮浸泡过夜,再用超声波发生器提取 30 min,用 20 mL、20 mL 丙酮洗涤残渣和容器,合并提取液与洗涤液,置旋转蒸发器上浓缩至 100 mL 左右,移至分液漏斗中,加 30 mL 蒸馏水、12 mL 饱和氯化钠水溶液、40 mL 二氯甲烷,以下按 5.1.1“振摇 2 min”起操作。

5.2 净化

如测定时有干扰峰影响定量结果,样液可用柱层析法进一步净化。

玻璃层析柱内径 1.2 cm,长 30 cm,底部加 1.5 cm 高的无水硫酸钠,称 10 g 混合吸附剂〔弗罗里硅土+活性炭=9+1(质量分数)〕,以 1+30 丙酮-三氯甲烷混合液湿法装柱,上层再加 1.5 cm 高的无水硫酸钠,加入提取浓缩液,以 150 mL 1+30 丙酮-三氯甲烷混合液淋洗(粮食用 45 mL 1+19 丙酮-三氯甲烷混合液、85 mL 1+49 丙酮-三氯甲烷混合液淋洗)。收集淋出液于梨形瓶中,在旋转蒸发器上浓缩近干,水浴使三氯甲烷挥发尽,用丙酮定容,供气相色谱测定。

5.3 气相色谱测定

5.3.1 色谱条件

5.3.1.1 色谱柱:内径 3 mm,长 1.6 m,玻璃柱,内装涂有 4%OV-17 和 4%OV-210 混合固定液的 80 目~100 目 Chromosorb W AW-DMCS。

5.3.1.2 气流量:载气为氮气 70 mL/min;氢气 3.6 mL/min;空气 160 mL/min。

5.3.1.3 温度:柱温 220℃;汽化室(进样口)290℃;检测室 290℃。

5.3.2 测定与计算

分别将农药标样和待测样液注入气相色谱仪中,外标标准曲线法定量。按下式计算三唑酮残留量:

$$X = \frac{(c_1 + c_2) \times V \times 1000}{m \times 1000}$$

式中:

X——试样中三唑酮残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——样液中三唑酮浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_2 ——样液中羟锈宁浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V——样液最后定容体积,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 其他

7.1 色谱图(浓度各 1 $\mu\text{g/mL}$,衰减:16)

色谱图见图 1。

4.625 三唑酮

6.092 羟锈宁

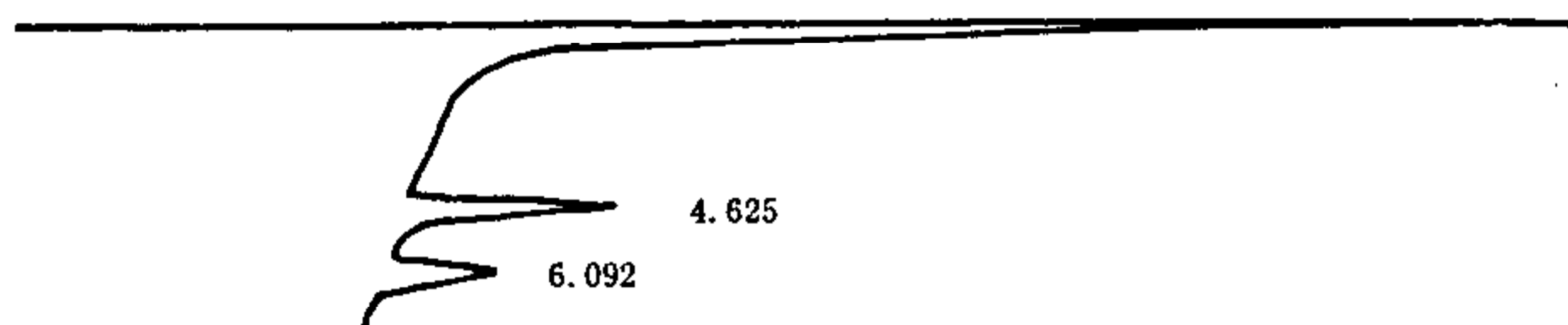


图 1

7.2 说明

试样一般不经柱层净化,但如需经柱净化,对不同批号的弗罗里硅土,应预先做淋洗曲线,以保证农药得到充分的回收。