

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1456—2007

水果中咪鲜胺残留量的测定 气相色谱法

Determination of prochloraz residue in fruits by gas chromatography

2007-12-18 发布

2008-03-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部农垦局提出。

本标准由农业部热带作物及制品标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：农业部热带农产品质量监督检验测试中心。

本标准主要起草人：袁宏球、尹桂豪、程伶俐、陈雪华、刘业平。

水果中咪鲜胺残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了水果中咪鲜胺及其代谢物残留量的气相色谱测定方法。

本标准适用于水果中咪鲜胺及其代谢物残留量的测定。

本标准方法检出限为 0.005 mg/kg, 本方法线性范围 0.05 mg/kg~1 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8855 新鲜水果和蔬菜的取样方法

3 原理

样本用丙酮提取,在 210℃~240℃条件下用吡啶盐酸盐将咪鲜胺及其代谢物全部水解成 2,4,6-三氯苯酚,经液-液分配净化,气相色谱法(ECD)测定 2,4,6-三氯苯酚的含量,再换算成咪鲜胺的残留量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的至少三级的水。

- 4.1 丙酮。
- 4.2 吡啶盐酸盐,潮解的不宜使用。
- 4.3 二氯甲烷。
- 4.4 无水硫酸钠:使用前在 550℃下烘干 2 h,冷却后使用。
- 4.5 盐酸。
- 4.6 硫酸。
- 4.7 石油醚,30℃~60℃沸程。
- 4.8 咪鲜胺标准品:纯度≥99.0%。
- 4.9 咪鲜胺标准储备液:称取 10 mg 咪鲜胺标准物质,用丙酮溶解并定容至 100 mL,配制成质量浓度为 100 mg/L 的标准储备液(贮存期不超过 2 周)。
- 4.10 咪鲜胺标准工作液:吸取一定量的咪鲜胺标准储备液(4.10)用丙酮(4.1)稀释成质量浓度为 50 mg/L 的标准溶液(现配),并按照试料的前处理方法(7.2~7.3)水解净化后,配制成 0.1 mg/L 的咪鲜胺标准工作液。
- 4.11 助滤剂 545。

5 仪器

- 5.1 气相色谱仪:配有电子捕获检测器(ECD)。
- 5.2 天平,精度 0.1 mg 及 0.01 g。
- 5.3 组织捣碎机。

5.4 旋转蒸发器。

5.5 超声波清洗器。

6 分析步骤

6.1 试样制备

取代表性可食部分采用对角线分割法,取对角部分,将其切碎,充分混匀,用四分法取样或直接放入食品加工机中捣碎成匀浆,并置于-20℃条件下保存,待测。

6.2 提取

称取待测试样约40g精确到0.01g,置于锥形瓶中,分别加入5mL盐酸(4.5),80mL丙酮(4.1)浸泡过夜(12h~16h)后,震荡提取60min,提取液经装有助滤剂545的布氏漏斗抽滤,滤渣再用40mL丙酮(4.1)分次淋洗残渣,合并滤液于500mL分液漏斗中,用二氯甲烷(4.3)萃取二次(每次40mL),收集有机相,合并之,经装有无水硫酸钠(4.4)的漏斗干燥并用二氯甲烷洗涤,收集于250mL磨口圆底烧瓶中,用旋转蒸发器浓缩至近干。

6.3 水解

在上述磨口圆底烧瓶中加入5g吡啶盐酸盐(4.2)和少许沸石,将磨口圆底烧瓶与冷凝管连接,磨口圆底烧瓶置于210℃~240℃沙浴中水解1h,冷却后,用10mL蒸馏水冲洗冷凝管,取出磨口圆底烧瓶,拧紧塞子,振摇使吡啶盐酸盐溶解,并转入500mL分液漏斗中,并用50mL蒸馏水分次冲洗圆底烧瓶转入分液漏斗中,用石油醚萃取二次(每次50mL),弃去水相,合并有机相。

6.4 净化

安全警告,此过程有可能剧烈发热,注意放气,保证安全!

向有机相加入5mL硫酸(4.6),振摇1min,静止分层后,弃去硫酸,重复3次。然后用蒸馏水洗涤有机相中残余硫酸,每次加50mL,反复3次~4次洗至中性,收集有机相,经无水硫酸钠干燥后用石油醚洗涤浓缩至近干,并用正己烷定容至2mL,待上机测定。同时作空白试验。

6.5 测定

6.5.1 气相色谱参考条件

色谱柱:DB-17 或与DB-17 极性相近的弹性石英毛细管柱 30m×0.32mm×0.25μm;

升温程序:70℃ $\xrightarrow{(40^\circ\text{C}/\text{min})}$ 245℃(2.00min);

ECD温度:300℃;

进样口温度:240℃;

载气流速:2.5mL/min。

6.5.2 测定步骤

准确吸取6.4净化定容后的1μL待测液和1μL咪鲜胺标准工作液,分别注入带有电子捕获检测器(ECD)的气相色谱仪中,并采用6.5.1气相色谱参考条件进行测定。

在以上条件下咪鲜胺水解物的保留时间为3.32min左右。

7 结果计算

试料中咪鲜胺的含量以质量分数 ω 表示,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(1)进行计算:

$$\omega = \frac{\rho_0 \times A_1 \times V_2 \times V_0 \times 1\,000}{V_1 \times A_0 \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_0 ——标准溶液质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——标准溶液进样体积,单位为微升(μL);

V_2 ——样品最终定容体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——样品溶液进样体积,单位为微升(μL);

A_0 ——注入标准溶液的峰面积;

A_1 ——注入样本溶液的峰面积;

m ——试料质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过算术平均值的 15%,以大于这两个测定值算术平均值的 15%的情况不超过 5%为前提。

9 色谱参考图

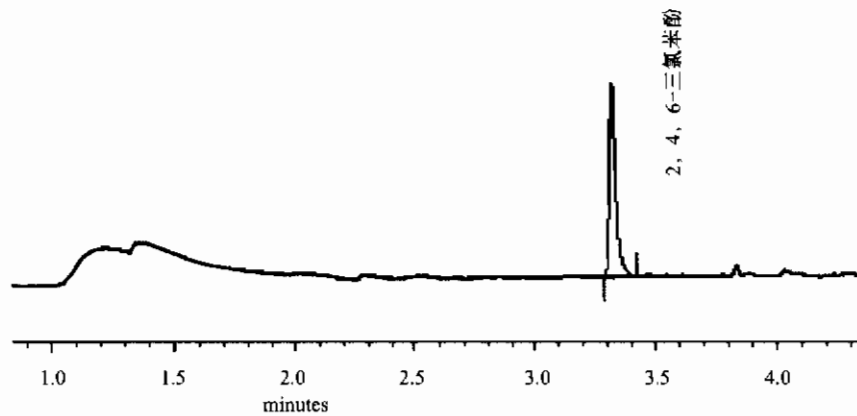


图 1 1.0 μL 咪鲜胺标准工作液的气相色谱参考图

中华人民共和国
农业行业标准
水果中咪鲜胺残留量的测定
气相色谱法

NY/T 1456—2007

* * *

中国农业出版社出版
(北京市朝阳区麦子店街18号楼)

(邮政编码: 100026 网址: www.ccap.com.cn)

中国农业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.5 字数 5千字

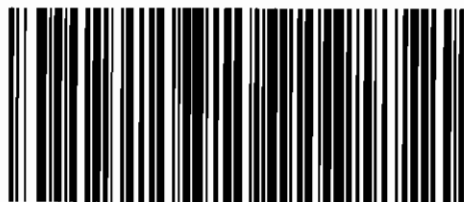
2008年3月第1版 2008年3月北京第1次印刷

书号: 16109·1557 印数: 1~500册

定价: 8.00元

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 65005894



NY/T 1456-2007