

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.106—2003
代替 GB 14879—1994

植物性食品中二氯苯醚菊酯残留量 的测定

Determination of permethrin 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 14879—1994《食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定方法》。

本标准与 GB 14879—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《植物性食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定》;

——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:北京农业大学、北京农林科学院、浙江农业大学、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人:明九雪、郑德荣、朱国念、沈在忠。

原标准于 1994 年首次发布,本次为第一次修订。

植物性食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定

1 范围

本标准规定了植物性食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜、水果中二氯苯醚菊酯残留量的测定。

2 原理

电子捕获检测器对于电负性强化合物具有较高的灵敏度。在试样中,这些化合物经提取、净化后,用气相色谱电子捕获检测器检测,试样的峰高(面积)和标准试样的峰高(面积)相比,计算出试样相当的含量。

3 试剂

- 3.1 丙酮。
- 3.2 石油醚。
- 3.3 乙酸乙酯。
- 3.4 氯化钠。
- 3.5 无水硫酸钠。
- 3.6 弗罗里硅土(60 目~80 目),使用前在 130℃下活化 24 h,保存于干燥器中。
- 3.7 二氯苯醚菊酯标准溶液:精密称取二氯苯醚菊酯标准品,用甲苯配成贮备液,放于冰箱中保存。
- 3.8 二氯苯醚菊酯使用液:将贮备液稀释到一定的浓度,于冰箱中保存备用。

4 仪器

- 4.1 气相色谱仪,带⁶³Ni ECD。
- 4.2 组织捣碎机。
- 4.3 索氏提取器。
- 4.4 旋转蒸发器。
- 4.5 层析柱,1 cm(内径)×17 cm。

5 分析步骤

5.1 提取

5.1.1 水果、蔬菜:称取切碎的试样 50 g,置于组织捣碎机中,加入丙酮 80 mL,捣碎 2 min,用布氏漏斗抽滤,残渣用少量丙酮冲洗,收集全部滤液于 500 mL 分液漏斗中,加入 200 mL 20 g/L 氯化钠溶液,用石油醚(50、25、25 mL)萃取三次,石油醚层过无水硫酸钠层干燥,用旋转蒸发器浓缩至 1 mL~3 mL,待净化。

5.1.2 谷物:称取粉碎的试样 20 g,放入滤纸筒内,在索氏提取器中用 100 mL 丙酮+石油醚 1+1 混合液抽提 4 h,冷却后转入 500 mL 分液漏斗中,以下步骤与水果、蔬菜相同。

5.2 净化

在层析柱底部垫少许脱脂棉(经 2%乙酸乙酯石油醚混合液浸提处理),再从下至上,装入 2 cm 无水硫酸钠,加 4 g 弗罗里硅土,顶部再装 2 cm 无水硫酸钠,稍稍振动使之充实,用 10 mL 2% 或 5% 乙酸乙酯石油醚溶液预淋层析柱,弃去预淋液,将浓缩的试样提取液倒入柱中,用上述溶剂 70 mL 淋洗,收