

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.184—2003
部分代替 GB 14970—1994

粮食、蔬菜中噻嗪酮残留量的测定

Determination of buprofezin in cereals and vegetables

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 14970—1994《食品中噻嗪酮最大残留限量标准》中第 3 章至第 5 章。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由浙江省食品卫生监督检验所、浙江省农科院植保所负责起草。

本标准主要起草人：吴蓉、胡莲英。

粮食、蔬菜中噻嗪酮残留量的测定

1 范围

本标准规定了食品中噻嗪酮残留量的测定方法。

本标准适用于喷洒噻嗪酮后的粮食和蔬菜中噻嗪酮残留量的测定。

2 试剂

本标准所用试剂,凡未指明规格者,均为分析纯(AR),水为蒸馏水。

2.1 丙酮(用前重蒸)。

2.2 正己烷(用前重蒸)。

2.3 0.25 mol/L 盐酸:取 20.8 mL 盐酸,用水稀释到 1 000 mL。

2.4 1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 40 g 氢氧化钠,加水溶解并稀释到 1 000 mL。

2.5 无水硫酸钠。

2.6 噻嗪酮(buprofezin)标准品:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

2.7 噻嗪酮标准溶液:准确称取 10 mg 噻嗪酮标准品,用 5 mL 丙酮溶解,再用正己烷稀释定容至 100 mL,即为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准贮备液。临用时用正己烷稀释成使用液。

3 仪器

3.1 气相色谱仪:附电子捕获检测器。

3.2 电动振荡器。

3.3 旋转蒸发器。

4 色谱分析条件

4.1 色谱柱:5%OV-17/Chromosorb W,60 目~80 目,柱长 1 m,内径 3 mm,玻璃柱。

4.2 温度:柱温 235 $^{\circ}\text{C}$;检测器 270 $^{\circ}\text{C}$;汽化室 270 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.3 载气:高纯氮,99.99%(1 kg/cm²)。

4.4 衰减:8。

5 分析步骤

5.1 称取已粉碎的试样 20 g 置 250 mL 具塞三角烧瓶中,加入 100 mL 丙酮,在电动振荡器上振荡提取 1 h,静置过夜。

5.2 过滤,滤液置圆底烧瓶中,残渣再用 60 mL 丙酮淋洗并过滤,合并滤液,在旋转蒸发器上减压浓缩至 5 mL 以下,然后将浓缩液转入 250 mL 分液漏斗中,用 10 mL 正己烷分二次洗圆底烧瓶,合并洗液至分液漏斗中,再用 60 mL 0.25 mol/L 盐酸分三次分配提取,弃去正己烷层,加 16 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液,再用 60 mL 正己烷分三次提取,合并提取液,用 10 g 无水硫酸钠脱水,在 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴上用旋转蒸发器减压浓缩至干,用正己烷溶解残渣并定容至 10 mL。

5.3 将定容后的净化液,按前述色谱条件进样 1 μL ,得峰高,在标准曲线上查测得值并计算其含量。

5.4 绘制标准曲线

将标准贮备液用正己烷稀释成 0.1,0.5,1.0,1.5,2.0,2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 不同浓度的标准使用液,在气相色谱仪上各注射 1 μL ,以峰高为纵坐标,标准量为横坐标作图,得标准曲线。