

UDC 614.3 : 664  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14973—94

---

## 食品中粉锈宁残留量的测定方法

Method for determination of triadimefon residues in foods

1994-03-18 发布

1994-09-01 实施

---

中华人民共和国卫生部 发布



食品中粉锈宁残留量的测定方法

Method for determination of triadimefon residues in foods

1 主题内容与适用范围

本标准规定了粮食、蔬菜和水果中粉锈宁残留量的分析方法。

本标准适用于使用过粉锈宁的粮食、蔬菜和瓜果的残留量分析。粉锈宁的最小检出限为  $2.8 \times 10^{-10}$  g。

2 原理

样品中粉锈宁残留物经提取、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。粉锈宁及其主要代谢物羟锈宁与铷盐蒸汽相作用,产生  $\text{CN}^-$  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。样品色谱图上粉锈宁和羟锈宁的峰高与标样色谱图相比,计算出粉锈宁残留量。

出峰顺序:粉锈宁,羟锈宁。

3 试剂

以下试剂除注明外,均为分析纯,试验用水均为蒸馏水。

- 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(C. P., 粉状)。
- 3.6 三氯甲烷。
- 3.7 弗罗里硅土(Florisil)60~100 目,进口分装。650℃烘 5 h,加 3.5% 水脱活,稳定 4~6 d。
- 3.8 农药标准溶液

精密称取粉锈宁和羟锈宁标准品各 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粉锈宁或羟锈宁 500  $\mu\text{g}$ 。

临用时吸粉锈宁和羟锈宁贮备液等量混合,用丙酮逐级稀释为使用液,粉锈宁和羟锈宁浓度一般为 1.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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(铷珠)和微处理机。

## 5 分析步骤

### 5.1 提取

5.1.1 粮食:称 30.0 g 粉碎后过 60 目的样品,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×2 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,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尽,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样品匀浆 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×2 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, W:W=9:1),以 1:30 丙酮-氯仿混合液湿法装柱,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-氯仿混合液淋洗(粮食用 45 mL 1:19 丙酮-氯仿混合液+85 mL 1:49 丙酮-氯仿混合液淋洗)。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 80~100 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。按下式计算粉锈宁残留量:

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

式中: X —— 样品中粉锈宁残留量, mg/kg;

$c_1$  —— 样液中粉锈宁浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$c_2$  —— 样液中羟锈宁浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

V —— 样液最后定容体积, mL;

m —— 样品质量, g。

## 6 灵敏度、准确度和精密度

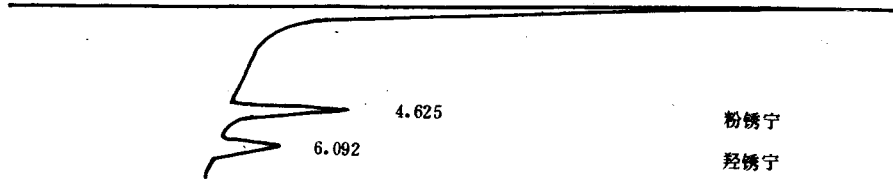
粉锈宁和羟锈宁最小检出限分别为  $2.8 \times 10^{-10}$  g 和  $5 \times 10^{-10}$  g。最低检出浓度:粮食样品粉锈宁为 0.01 mg/kg,羟锈宁为 0.02 mg/kg,瓜果蔬菜样品粉锈宁为 0.006 mg/kg,羟锈宁为 0.01 mg/kg。

粉锈宁-羟锈宁方法回收率:添加浓度 0.04~5.0 mg/kg 范围时为 84.0%~103%;检测变异系数

(CV)为4.2%~9.4%。

## 7 其他

### 7.1 色谱图(浓度各1 μg/mL,衰减:16)



7.2 说明:样品一般不经柱层析净化,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。

#### 附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由江苏农学院负责起草。

本标准主要起草人刘臣辉、龚荐。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。





(京)新登字 023 号

GB/T 14973—94

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
食 品 中 粉 锈 宁 残 留 量 的 测 定 方 法  
GB/T 14973—94

\*

中 国 标 准 出 版 社 出 版  
(北京复外三里河)  
中 国 标 准 出 版 社 北 京 印 刷 厂 印 刷  
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 售  
版 权 专 有 不 得 翻 印

\*

开 本 880×1230 1/16 印 张 1/2 字 数 5 千 字  
1994 年 9 月 第 一 版 1994 年 9 月 第 一 次 印 刷  
印 数 1—1 500

\*

书 号 : 155066 · 1-10980 定 价 8.00 元

\*

标 目 247—63



GB/T 14973-1994