

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 16340—1996

食品中灭幼脲残留量的测定

Determination of mieyouniao residues in foods

1996-06-19 发布

1996-09-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

灭幼脲(1-邻氯苯甲酰基-3-(4-氯苯基脲))是一种高效低毒的杀虫剂,广泛用于小麦、玉米、甘蓝、油菜、柑桔等食品中,我国 1994 年 8 月 10 日发布的《食品中灭幼脲的最大残留限量标准》规定了食品中灭幼脲的最大残留限量为 3 mg/kg,本标准是为之配套的检验方法。

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准负责起草单位:吉林省卫生防疫站。

本标准主要起草人:高斌富、金秀华、方赤光、张唯、常新。

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。

中华人民共和国国家标准

GB/T 16340—1996

食品中灭幼脲残留量的测定

Determination of mieyouniao residues in foods

1 范围

本标准规定了食品中灭幼脲残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜中灭幼脲残留量的测定,也适用于水果中灭幼脲残留量的测定。

2 原理

样品中的灭幼脲经浸提、净化后,用具有紫外检测器的高压液相色谱仪测定,与标准溶液比较定量。

3 试剂

使用的试剂一般为分析纯。

3.1 二氯甲烷。

3.2 石油醚:沸程 30~60℃。

3.3 甲醇。

3.4 浸提液:二氯甲烷-石油醚(3+4)。

3.5 液相色谱流动相:甲醇-水(75+25)。

3.6 硅镁吸附剂型预处理小柱。

3.7 灭幼脲标准溶液:准确称取 0.010 0 g 灭幼脲原药用二氯甲烷溶解并转入 100 mL 容量瓶,用二氯甲烷定容,得到 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准贮备液,经 100 倍稀释得到 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准使用液。

4 仪器

4.1 高压液相色谱仪(配有紫外检测器)。

4.2 25 mL 比色管。

4.3 K.D 浓缩器的梨形瓶。

4.4 高速分散器。

4.5 电动离心机。

4.6 具磨口塞离心管。

4.7 10 μL 微量注射器。

5 分析步骤

5.1 样品的粉碎

粮食类样品经粉碎机粉碎后,过 40 目筛,蔬菜和水果类样品经组织捣碎机破碎成浆状。

5.2 样品的浸提

称取 2.5 g 粉碎混匀的样品于 50 mL 具塞离心管中,加 10 mL 浸提液,在高速分散器上,以

10 000 r/min速度,分散5 min,加塞浸泡30 min,再分散5 min,以2 000 r/min离心5 min,转移上清液于25 mL比色管中;加5 mL浸提液于沉淀中,分散、离心后,上清液并入25 mL比色管;再重复一次,上清液也并入25 mL比色管,用浸提液定容至25 mL,得到样品浸出液。

5.3 样品浸出液的净化

10 mL 石油醚自然流经预处理小柱,再用5 mL 二氯甲烷淋洗小柱(见图1),弃去流出液,然后取10 mL样品浸出液,使其自然流经小柱,流出液收集在K. D浓缩器的梨形瓶中;再用15 mL 二氯甲烷淋洗小柱,流出液并入上述梨形瓶中。于通风橱中,40℃水浴下,氮气流吹尽梨形瓶中的溶剂,加盖,置于阴凉处保存。

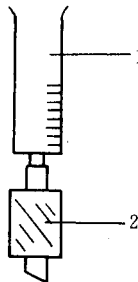
5.4 高压液相色谱参考条件

不锈钢柱:200 mm×4.6 mm(内径);固定相:C₁₈(5 μm);流动相:甲醇-水(75+25);流速:1 mL/min。

5.5 测量

取灭幼脲标准使用液0,1,3,5,7,10 μL注入色谱测定,利用被测成分浓度对峰高制备标准曲线。

加1 mL 二氯甲烷于K. D浓缩器的梨形瓶中使样品残渣溶解,取10 μL立即注入色谱仪测定。计算峰面积或峰高,利用标准曲线计算进样前样品残渣溶解液中灭幼脲的浓度。



1—注射器;2—预处理小柱

图 1

6 结果

6.1 计算

$$X = \frac{c \cdot V_3 \cdot \frac{V_1}{V_2}}{m} \dots\dots\dots(1)$$

- 式中: X——食品中灭幼脲的含量,mg/kg;
- c——利用标准曲线算得的样品残渣溶液中灭幼脲的浓度,μg/mL;
- V₁——样品浸出液的定容体积,mL;
- V₂——上柱的样品浸出液的体积,mL;
- V₃——溶解样品残渣所用的溶剂体积,mL;
- m——样品质量,g。

6.2 方法检出限为0.3 ng;标准曲线线性范围为1~10 ng;平均回收率为92.6%;取样量2.5 g时最低检出浓度为0.03 mg/kg;相对相差≤15%。

7 液相色谱参考图

液相色谱参考图见图 2。

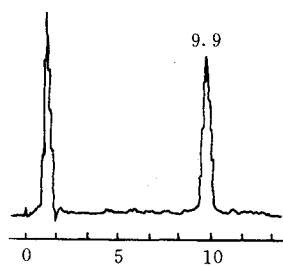


图 2 灭幼脲的标准色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 灭 幼 豚 残 留 量 的 测 定
GB/T 16340—1996

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045
电 话 : 68522112

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 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
1997 年 3 月 第 一 版 1997 年 3 月 第 一 次 印 刷
印 数 1—1 500

*

书 号 : 155066 · 1-13534 定 价 8.00 元

*

标 目 304—60



GB/T 16340—1996