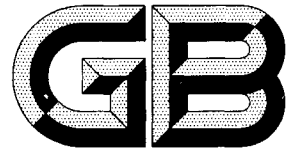


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 16341—1996

食品中五氯硝基苯残留量的测定

Determination of quintozene 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

GB/T 16341—1996

前 言

本标准采用国内外先进技术及方法。

本标准从发布之日起实施。

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：李槐春、李青、金秀华、方赤光。

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 16341—1996

食品中五氯硝基苯残留量的测定

Determination of quintozene residues in foods

1 范围

本标准规定了食品中五氯硝基苯残留量的测定方法。
本标准适用于粮食、蔬菜中五氯硝基苯残留量的测定。

2 原理

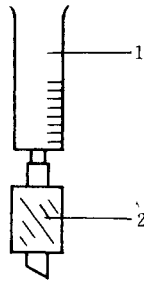
样品经正己烷萃取,预处理小柱净化,用气相色谱电子捕获检测器测定,与标准系列比较定量。

3 试剂

- 3.1 正己烷:重蒸馏。
- 3.2 丙酮-正己烷(1+9)。
- 3.3 无水硫酸钠。
- 3.4 40 g/L 氯化钠水溶液。
- 3.5 五氯硝基苯标准贮备液和中间液:准确称取五氯硝基苯 0.010 0 g,用正己烷溶解,转入 100 mL 容量瓶中并用正己烷定容,得到浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 储备液,将储备液稀释 100 倍,配成浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准中间液。
- 3.6 五氯硝基苯标准使用液:取中间液配制成浓度分别为 0.005,0.010,0.050,0.100,0.150 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 系列标准使用液。
- 3.7 载体:Chromsorb W AW 80~100 目。
- 3.8 固定液:OV-17 和 QF-1。

4 仪器

- 4.1 气相色谱仪,具电子捕获检测器。
- 4.2 组织捣碎机。
- 4.3 离心机。
- 4.4 高速分散器。
- 4.5 小型粉碎机。
- 4.6 硅镁吸附剂预处理小柱(见图 1)。
- 4.7 10 μL 微量注射器。
- 4.8 K. D 浓缩器的梨形瓶。



1—注射器;2—预处理小柱

图 1

5 分析步骤

5.1 提取

5.1.1 粮食:称取经粉碎过 40 目筛的样品 5.0 g 置于 50 mL 离心管中,加 20 mL 正己烷,高速分散器 (10 000 r/min)分散 4 min,离心 (2 000 r/min)5 min,将提取液移入 25 mL 容量瓶中,向离心管中加 5 mL 正己烷,按上法再提取一遍,将提取液合并,定容至 25.0 mL。

5.1.2 蔬菜:取可食部分洗净切碎后,用组织捣碎机捣碎至匀浆,干性样品加一定量蒸馏水,取相当于 1.0 g 原样品的匀浆,置于 50 mL 离心管中,加 5 mL 正己烷提取,在高速分散器 (10 000 r/min)分散 4 min,离心 (2 000 r/min)5 min,将提取液移入 10 mL 容量瓶中,向离心管中再加 3 mL 正己烷提取,合并两次提取液,定容至 10.0 mL。

5.2 净化

5.2.1 预处理柱的净化处理:先用 1 mL 丙酮-正己烷 (1+9)分两次淋洗预处理柱,再用 1 mL 正己烷分两次淋洗该柱,弃去淋洗液。

5.2.2 将提取液 5 mL 过柱,液体收集于 K. D 浓缩器的梨形瓶中,用丙酮-正己烷 (1+9)1 mL 分 3 次淋洗该柱,淋洗液并入上述 K. D 浓缩器的梨形瓶中,吹氮气浓缩至 1 mL,备用。

5.3 气相色谱参考条件

5.3.1 汽化室 (进样口)温度:230℃。

5.3.2 检测器温度:230℃。

5.3.3 柱箱温度:190℃。

5.3.4 载气 (N₂)流速:50 mL/min。

5.3.5 色谱柱:内径 3 mm、柱长 1.5 m 玻璃柱,内装涂以 1.5%OV-17+2%QF-固定液,担体为 80~100 目 Chromosorb W AW。

5.4 测定

取 1 μL 五氯硝基苯标准使用液及样品注入气相色谱测定,样品与标准相比较,计算出样品中五氯硝基苯的含量。

6 结果

6.1 计算

$$X = \frac{m_1 \times 1\,000}{m_2 \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{V_4}{V_3} \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中: X——食品中五氯硝基苯含量,mg/kg;

m_1 ——标准曲线算得样品中五氯硝基苯质量,ng;

V_1 ——样品注入色谱体积, μL ;

V_2 ——净化液浓缩体积,mL;

V_3 ——提取液总体积,mL;

V_4 ——净化液的体积,mL;

m_2 ——样品质量,g。

6.2 本方法检出限为 5×10^{-9} mg;标准曲线线性范围 $0.005 \sim 0.150$ $\mu\text{g/mL}$;方法回收率 97.7%;粮食取样 5.0 g 时最低检出浓度为 0.005 mg/kg;蔬菜取样 1.0 g 时最低检出浓度为 0.01 mg/kg;相对相差 $\leq 15\%$ 。

7 气相色谱参考图

气相色谱参考图见图 2。

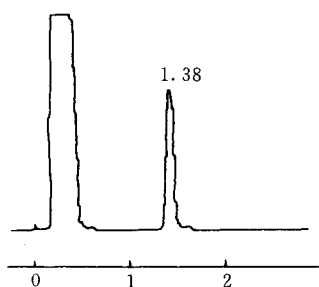


图 2 五氯硝基苯气相色谱标准参考图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 五 氯 硝 基 苯 残 留 量 的 测 定
GB/T 16341—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 6 千字
1997年3月第一版 1997年3月第一次印刷
印数 1—1500

*

书号: 155066·1-13533 定价 8.00 元

*

标 目 305—37



GB/T 16341—1996