



中华人民共和国国家标准

GB/T 17333—1998

食品中除虫脲残留量的测定

Determination of diflubenzuron residues in foods



1998-04-20 发布



C9907106

1999-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

除虫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。

本标准于1998年4月20日首次发布。

本标准的附录A是提示的附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由吉林省卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人:高斌富、杨明远、边疆、王岙、张冠英。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院负责解释。

中华人民共和国国家标准

食品中除虫脲残留量的测定

GB/T 17333—1998

Determination of diflubenzuron residues in foods

1 范围

本标准规定了食品中除虫脲残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜中除虫脲残留量的测定,也适用于水果中除虫脲残留量的测定。最低检出限为 0.40 ng,若取样 2.5 g,则最低检出浓度为 0.04 mg/kg。

2 原理

样品中的除虫脲经浸提、净化后,用具有紫外检测器的高效液相色谱仪测定,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:重蒸。

3.2 石油醚:沸程 30~60℃,重蒸。

3.3 甲醇:重蒸。

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(市售)。

3.7 除虫脲标准溶液,准确称取 0.010 0 g 除虫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 µg/mL 的标准贮备液,经 100 倍稀释得到 1 µg/mL 的标准使用液。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪(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

中华人民共和国卫生部 1998-04-20 批准

1999-01-01 实施

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,以上流出液弃去,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 高效液相色谱参考条件

不锈钢柱:200 mm×4.6 mm(内径);固定相: C_{18} (5 μ m);流动相:甲醇-水(75:25);流速:1 mL/min。

5.5 测量

取除虫脲标准使用液 0,1,3,5,7,10 μ L 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 μ L 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除虫脲的浓度。

6 结果

6.1 计算

见式(1)。

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

式中: X ——食品中除虫脲的含量,mg/kg;

c ——利用标准曲线算得的样品残渣溶液中除虫脲的浓度, μ g/mL;

V_1 ——样品浸出液的定容体积,mL;

V_2 ——上柱的样品浸出液的体积,mL;

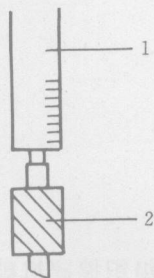
V_3 ——溶解样品残渣所用的溶剂体积,mL;

m ——样品质量,g。

6.2 方法检出限为 0.4 ng;标准曲线线性范围位为 1~10 ng;平均回收率为 95.2%;取样量 2.5 g 时最低检出浓度为 0.04 mg/kg;相对相差 $\leq$ 15%。

7 液相色谱参考图

见图 2。



1—注射器; 2—预处理小柱

图 1 预处理装置

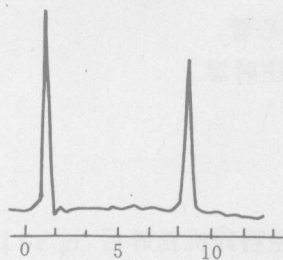


图 2 除虫脲的标准色谱图

附 录 A
(提示的附录)
方法的回收率、精密度和线性

A1 回收率

表 A1

样品	样本数			加入量 ng/2.5 g			回收量 ng/2.5 g			回收率 %			平均回收率 %
	高	中	低	高	中	低	高	中	低	高	中	低	
小麦	6	6	6	15.0	7.5	2.5	13.9	7.3	2.3	92.4	96.6	92.1	93.7
谷子	6	6	6	15.0	7.5	2.5	13.3	7.8	2.4	88.3	103.4	95.7	95.8
柑桔	6	6	6	15.0	7.5	2.5	12.8	7.1	2.2	89.1	94.8	89.5	89.8
苹果	6	6	6	15.0	7.5	2.5	13.8	7.8	2.2	92.2	103.4	89.5	95.0
油菜	6	6	6	15.0	7.5	2.5	15.9	7.1	2.5	106.4	94.8	100.0	100.4
甘蓝	6	6	6	15.0	7.5	2.5	14.4	7.8	2.2	95.7	103.4	89.7	96.3
X, %													92.6

A2 方法精密度

表 A2

实验号	1	2	3	4	5	6	X	s	CV, %
测定值, mg	7.25	7.76	7.11	7.76	7.11	7.76	7.46	0.33	4.5

A3 方法的线性(除虫脲含量与峰面积及峰高的关系)

表 A3

含量, ng	0	1	2	4	7	10	R 值
峰积分值	0	2 950	5 209	9 759	19 034	25 772	0.999 8
峰 高	0	9.5	18.1	37.1	62.0	91.9	0.999 6

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 除 虫 脲 残 留 量 的 测 定

GB/T 17333—1998

*

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

无锡富瓷快速印务有限公司印刷

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 7 千字

1998年10月第一版 1998年10月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-15217 定价 6.00 元

*

标 目 350—42