

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.147—2003
代替 GB/T 17333—1998

植物性食品中除虫脲残留量的测定

Determination of diflubenzuron residues in vegetable foods

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/T 17333—1998《食品中除虫脲残留量的测定》。

本标准与 GB/T 17333—1998 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称,标准中文名称改为《植物性食品中除虫脲残留量的测定》;
- 按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

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、杨明远、边疆、王岙、张冠英。

原标准于 1998 年首次发布,本次为第一次修订。

植物性食品中除虫脲残留量的测定

1 范围

本标准规定了植物性食品中除虫脲残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜、水果中除虫脲的测定。

本标准检出限为 0.40 ng,若取样 2.5 g,检出浓度为 0.04 mg/kg。

本标准线性范围:1 ng~10 ng。

2 原理

试样中的除虫脲经提取、净化后,用具有紫外检测器的高效液相色谱仪测定,与标准溶液比较定性定量。

3 试剂

3.1 二氯甲烷。

3.2 石油醚:沸程 30℃~60℃。

3.3 甲醇。

3.4 提取液: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(见图 1)。

3.7 除虫脲标准溶液:准确称取 0.010 0 g 除虫脲标准品(diflubenzuron,纯度>98%)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,稀释 100 倍后得到 1 μg/mL 的标准使用液。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:具有紫外检测器。

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:10 000 r/min。

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 试样制备

5.1.1 试样的粉碎

粮食类试样经粉碎机粉碎后,过 40 目筛,蔬菜和水果类试样经组织捣碎机捣碎成浆状。

5.1.2 试样的提取

称取 2.5 g 精确至 0.001g 粉碎混匀的试样于 50 mL 具塞离心管中,加 10 mL 提取液,在高速分散器上分散 5 min,加塞浸泡 30 min,再分散 5 min,以 2000 r/min 离心 5 min,转移上清液于 25 mL 比色管;加 5 mL 提取液于沉淀中,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