



中华人民共和国国家标准

GB/T 18629—2002

食品中扑草净残留量的测定方法

Method for determination of prometryne residues in food

2002-01-28 发布

2002-06-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准在制定过程中主要参考了：

1. Bardalaye P. C. & Wheeler W. B. //J. AOAC 1985, 68(4)-750~753.
毛细管气相色谱法测定荷兰芹中扑草净及其降解物；
2. GB/T 5009. 20—1996《食品中有机磷农药残留量的测定方法》；
3. GB/T 17331—1998《食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留的测定》。

本标准由辽宁省质量技术监督局提出。

本标准由沈阳农业大学负责起草。

本标准主要起草人：周艳明、席联敏、李亮亮、王晓光、于基成、于维军、吴小琳、牛森。

食品中扑草净残留量的测定方法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定蔬菜、水果及粮食中扑草净残留量的方法。

本标准适用于蔬菜、水果及粮食中扑草净残留量的测定。

2 原理

样品中扑草净用丙酮提取后,用二氯甲烷萃取、活性炭脱色净化等步骤除去干扰物质,用气相色谱仪配火焰光度检测器(FPD)(加硫滤光片)测定,外标法定量。

3 试剂

- 3.1 丙酮:重蒸。
- 3.2 二氯甲烷:分析纯,重蒸。
- 3.3 无水硫酸钠:分析纯,600℃灼烧4 h,密封于瓶中备用。
- 3.4 活性炭:层析用,用3 mol/L盐酸溶液浸泡过夜,抽滤后,水洗至中性,120℃烘干备用。
- 3.5 扑草净标准品:纯度>99%。
- 3.6 扑草净标准溶液:准确称取扑草净标准品,用丙酮配制成100 µg/mL的标准储备液。使用时用丙酮稀释,配制成标准使用液:0.1 µg/mL。

4 仪器

- 4.1 超声波清洗器。
- 4.2 旋转蒸发器。
- 4.3 组织捣碎机。
- 4.4 气相色谱仪:具火焰光度检测器及硫滤光片。

5 分析步骤

5.1 试样制备

蔬菜、水果样品擦去表面泥水,取代表性食部切碎、混匀,用组织捣碎机制成匀浆备用(必要时加一定比例的水,以利匀浆)。

粮食样品磨粉、过0.42 mm筛,备用。

5.2 提取

称取相当于20.000 g样品的匀浆或粮食粉于三角瓶中,加入40 mL丙酮,超声提取20 min。全部过滤于分液漏斗中,用少量丙酮冲洗三角瓶及残渣,亦合并于分液漏斗中。

5.3 净化

分液漏斗中加入100 mL 2%硫酸钠溶液,摇匀,依次用30 mL、20 mL二氯甲烷萃取,合并两次二氯甲烷萃取液于原三角瓶中,加入约1 g无水硫酸钠及约0.5 g活性炭,充分搅拌均匀并保持约20 min(其间不时摇动),然后定量地过滤至浓缩瓶中,减压浓缩至1 mL。

5.4 色谱测定

5.4.1 色谱条件

- 5.4.1.1 色谱柱:内径 3 cm,长 1.6 m 玻璃柱。固定相为 5% DEGS 固定液涂于 80~100 目、经酸洗、碱洗和硅烷化的白色担体。
- 5.4.1.2 温度:色谱柱:210℃;检测器:250℃;气化器:250℃。
- 5.4.1.3 载气(N₂):流量 50 mL/min,纯度>99.999%。
- 5.4.1.4 燃气(H₂):流量 70 mL/min,纯度>99.999%。
- 5.4.1.5 助燃气(空气):流量 100 mL/min。
- 5.4.1.6 进样量:2 μL。

5.4.2 色谱分析

量取标准样品溶液和待测样品溶液各 2 μL,分别注入色谱仪中,以保留时间定性,以待测样品和标准样品的峰高比较定量。

根据样品溶液中待测农药含量情况,选定峰高相近的标准工作溶液。使标准工作溶液与待测样品溶液的相应值均在检测线性范围之内,并以等体积进样测定。

5.4.3 空白试验

除不加待测样品外,均按上述步骤进行。

6 结果

用色谱数据处理机或按式(1)计算样品中扑草净的残留量:

$$X = \frac{h_x \times c \times V \times 2}{h_s \times W} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X——样品中扑草净含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- h_x——待测样品液峰高;
- c——标准样品液浓度值,单位为毫克每千克(mg/kg);
- V——待测样品测量液体积,单位为毫升(mL);
- 2——取样体积折算系数;
- h_s——标准样品液峰高;
- W——待测样品称样量,单位为克(g)。

7 方法最低检出限和精密度

7.1 最低检出限

本方法最低检出浓度为 0.02 mg/kg。

7.2 方法精密度

本方法的平均回收率分别为 93%~105%。

8 色谱图

扑草净添加量为 0.02 mg/kg 的样品色谱图见图 1。



图 1 扑草净添加量为 0.02 mg/kg 的样品色谱图($t_R=3.502$)
