



中华人民共和国国家标准

GB/T 18628—2002

食品中乙滴涕残留量的测定方法

Method for determination of perthane 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下列标准：

乙滴涕(Perthane)农药残留物 气相色谱法(AOAC 15th)

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、于基成、唐乐珊、李亮亮、席联敏、于维军、吴小琳、牛森。

食品中乙滴涕残留量的测定方法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定蔬菜、水果及粮食中乙滴涕残留量的方法。

本标准适用于蔬菜、水果及粮食中乙滴涕残留量的测定。

2 原理

样品中乙滴涕用丙酮提取,经液液分配及柱层析净化除去干扰物质,再经衍生后,用气相色谱仪配电子捕获检测器测定,外标法定量。

3 试剂

3.1 丙酮:分析纯,重蒸。

3.2 石油醚:分析纯,重蒸。

3.3 氢氧化钾:分析纯。

3.4 乙醇:分析纯。

3.5 乙醚:分析纯。

3.6 无水硫酸钠:分析纯,600℃灼烧4 h,密封于瓶中备用。

3.7 弗罗里硅土:层析用,650℃活化4 h,密封保存,用前130℃烘5 h备用。

3.8 乙滴涕标准品:纯度>95%。

3.9 乙滴涕标准溶液:准确称取乙滴涕标准品,用石油醚配制成100 μg/mL的标准储备液。使用时用石油醚稀释,配制成标准使用液(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:具电子捕获检测器。

4.5 恒温水浴:可在95℃~100℃间控温。

4.6 层析柱:内径1.5 cm、长约20 cm玻璃层析柱。

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(必要时加一定比例的水(以利匀浆),备用。

粮食样品:磨粉,过0.42 mm筛备用。

5.2 提取

5.2.1 蔬菜、水果样品:称取相当于20 g样品的匀浆液于三角瓶中,加入与样品含水量之和为20 g的水及30 mL丙酮,振荡提取50 min,抽滤,取25 mL滤液于分液漏斗中。

5.2.2 粮食样品:称取 20 g 粮食粉于三角瓶中,加入 5 g 无水硫酸钠,充分混合,加入 50 mL 丙酮,振荡提取 50 min。过滤,取 25 mL 滤液于分液漏斗中。

5.3 萃取

分液漏斗中加入 100 mL 2%硫酸钠溶液,摇匀,依次用 30 mL,20 mL 石油醚萃取,合并两次石油醚萃取液,加入 10 g 无水硫酸钠,充分混合,过滤。

5.4 净化

5.4.1 装填层析柱

层析柱底部加少许玻璃棉,依次装入 3 cm 高的弗罗里硅土和 1 cm 高的无水硫酸钠。

5.4.2 柱层析

先用 30 mL 石油醚淋洗柱,弃去流出液。待淋洗液面即将落入无水硫酸钠时,加入石油醚萃取液,待萃取液液面即将落入无水硫酸钠时,加入 150 mL 洗脱液(15%乙醚/石油醚溶液),收集流出的石油醚萃取液及洗脱液于蒸发瓶中。

5.5 衍生

将蒸发瓶中的洗脱液于 45℃下减压蒸至近干,再用洗耳球吹干,加入 10 mL 2%氢氧化钾-乙醇溶液,在微沸水浴中(95℃~100℃)加热回流 15 min,冷却后,加入 1 mL 石油醚萃取,收集石油醚液待测。

5.6 色谱测定

5.6.1 气相色谱参考条件

5.6.1.1 色谱柱:内径 3 mm,长 1.6 m 玻璃柱。

固定相:1.5%OV-17+2%QF-1 涂于 80~100 目、经酸洗、碱洗和硅烷化处理的白色担体。

5.6.1.2 温度:色谱柱:180℃;检测器:240℃;气化器:240℃。

5.6.1.3 载气(H_2):流量:50 mL/min;纯度>99.999%。

5.6.1.4 进样量:1 μ L。

5.6.2 色谱分析

分别量取标准样品溶液和待测样品溶液各 1 μ L,分别注入色谱仪中,以保留时间定性,以试样和标准样品的峰高比较定量。

5.6.3 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

6 结果

用色谱数据处理机或按式(1)计算样品中乙滴涕的残留量:

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

式中:

X——样品中乙滴涕含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

h_s ——标准样品溶液乙滴涕峰高(或峰面积);

h_x ——待测样品溶液乙滴涕峰高(或峰面积);

c——标准样品溶液乙滴涕浓度,单位为微克每毫升(μ g/mL);

W——待测样品称样量,单位为克(g);

2——换算系数,(样品提取液取用 1/2);

V——待测样品测量液体积,单位为毫升(mL)。

7 最低检出限和回收率

7.1 最低检出限

本方法最低检出浓度为 0.1 mg/kg。

7.2 回收率

回收率为 88%~98%。

8 色谱图

乙滴涕添加量为 0.1 mg/kg 的样品色谱图($t_R=4.133$)见图 1。



图 1 乙滴涕添加量为 0.1 mg/kg 的样品色谱图($t_R=4.133$)