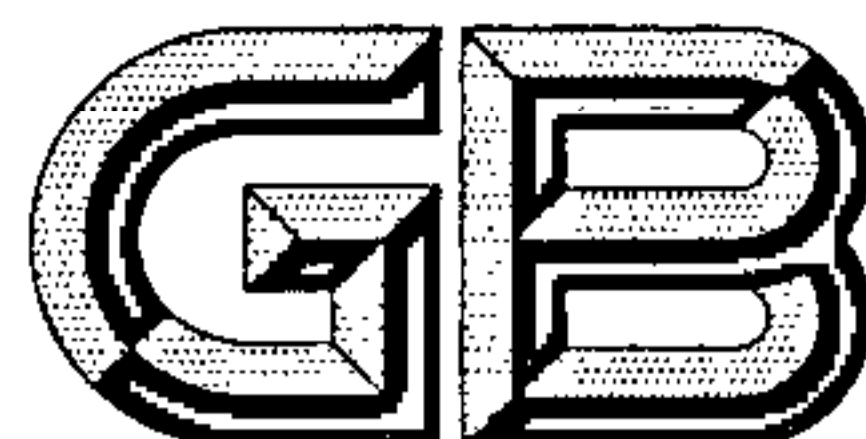


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.160—2003

水果中单甲脒残留量的测定

Determination of semiamitraz residues in fruits

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

333

前 言

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：卫生部食品卫生监督检验所、北京市卫生防疫站、北京服装学院。

本标准主要起草人：张莹、魏开坤、孙淳、李立平。

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。

引 言

单甲脒(monoamitraz),化学名称 *N*-(2,4-二甲基苯基)-*N'*-甲基甲脒,属于甲脒类杀螨杀虫剂。该药已在我国柑橘和苹果上获得登记。我国规定单甲脒在柑橘、苹果中的残留量限量为 0.5 mg/kg。本标准提供检测水果中单甲脒残留的方法。

水果中单甲脒残留量的测定

1 范围

本标准规定了单甲脒在水果中的残留量测定方法。

本标准适用于水果中单甲脒残留量的测定。

本方法检出限为 0.025 mg/kg, 线性范围 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2 原理

样品中的单甲脒经盐酸提取、二氯甲烷萃取净化后,用具有紫外检测器的高效液相色谱仪测定,根据色谱峰的保留时间定性,外标法峰高定量。

3 试剂

3.1 二氯甲烷:二次重蒸。

3.2 甲醇(优级纯):用溶剂抽滤装置,经 0.5 μm 有机系滤膜过滤。

3.3 蒸馏水(双蒸):用溶剂抽滤装置,经 0.45 μm 水系滤膜过滤。

3.4 乙酸铵。

3.5 0.2 mol/L 盐酸。

3.6 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液。

3.7 无水硫酸钠:用前 130 $^{\circ}\text{C}$ 烘 5 h,去水。

3.8 单甲脒(semiamitraz)标准品:纯度>98%。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪,配有紫外检测器。

4.2 溶剂抽滤装置。

4.3 超声波清洗仪。

4.4 无油真空泵。

4.5 低速离心机:1 000 r/min~4 000 r/min。

4.6 K-D 浓缩器。

4.7 10 mL 具塞刻度离心管。

4.8 尖头吸管:口径 1 mm。

4.9 100 mL 分液漏斗。

5 分析步骤

5.1 样品处理

5.1.1 提取

桔子去皮,苹果擦去表面泥沙,用匀浆机将果肉打成匀浆,准确称取 4 g 水果匀浆(精确至 0.001 g)于 10 mL 具塞刻度离心管内,加入 0.2 mol/L 的盐酸,定容至 10 mL。将该具塞刻度离心管置于超声波清洗仪中,超声提取 10 min。用尖头吸管准确吸取上清液 5 mL 于 100 mL 分液漏斗中,加入

1.0 mol/L的氢氧化钠溶液,调节 pH 值为 12~13。

5.1.2 净化

于上述 100 mL 分液漏斗中加入 10 mL、10 mL、10 mL 二氯甲烷,振荡 3 min,静止分层。收集下层有机相,合并所有的萃取液,并使之通过装有无水硫酸钠的漏斗脱水,置于 K-D 浓缩器的鸡心瓶中,加入 1 mL 甲醇,于 K-D 浓缩器上浓缩至 1 mL。供液相色谱分析。

5.2 测定

5.2.1 液相色谱参考条件

色谱柱:3.5×100 mm ODS 柱(5 μm);

流动相+甲醇+乙酸铵溶液(0.01 mol/L)=75+25;

流速:1 mL/min;

紫外检测波长:λ=254 nm。

5.2.2 绘制标准曲线

用精密天平精确称取单甲脒标准品 50 mg(精确至 0.1 mg),甲醇溶解,准确定容至 50 mL,得到浓度为 1 000 μg/mL 的单甲脒标准品储备液。取此储备液依次稀释,配制浓度分别为 0.2、1.0、5.0、10、50、100 μg/mL 的标样溶液。取标准品溶液各 20 μL,依照浓度由低到高注入高效液相色谱分析。结果依峰高-浓度关系绘制标准曲线图。

5.2.3 色谱分析

取 20 μL 试样溶液,过微孔滤膜,注入高效液相色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰高,用保留时间定性;根据峰高,外标法定量。

5.2.4 色谱图

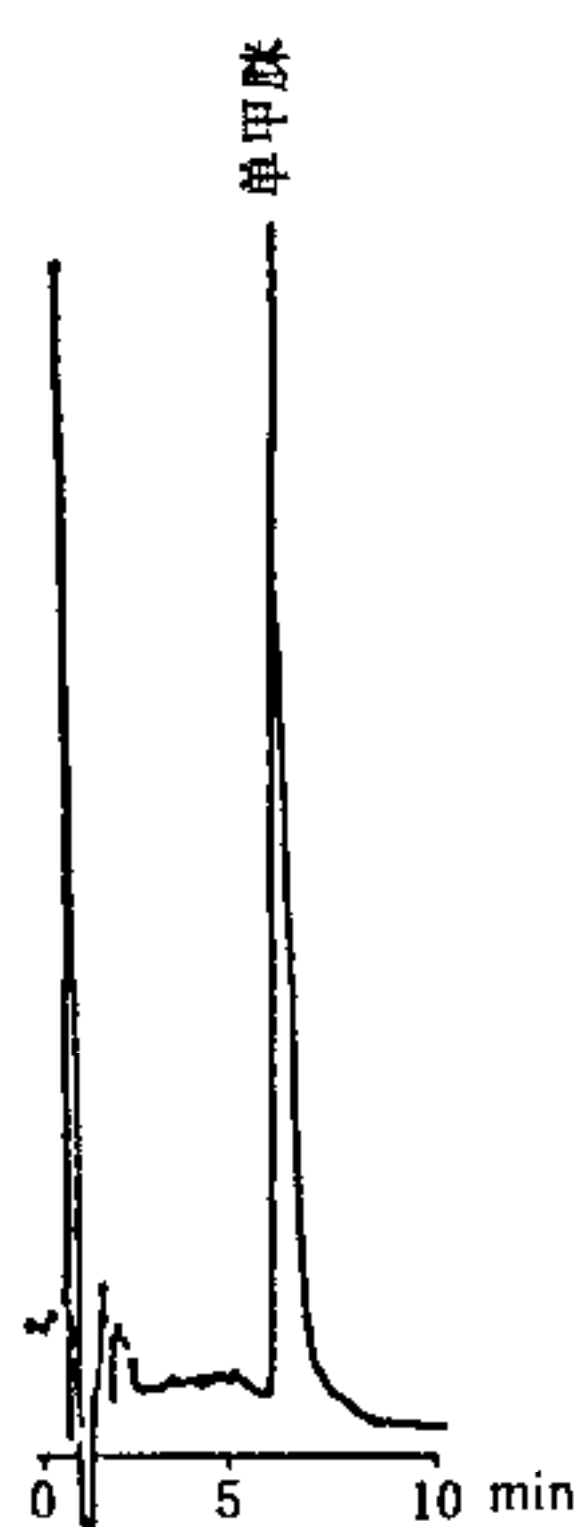


图 1 单甲脒标样溶液的 HPLC 图

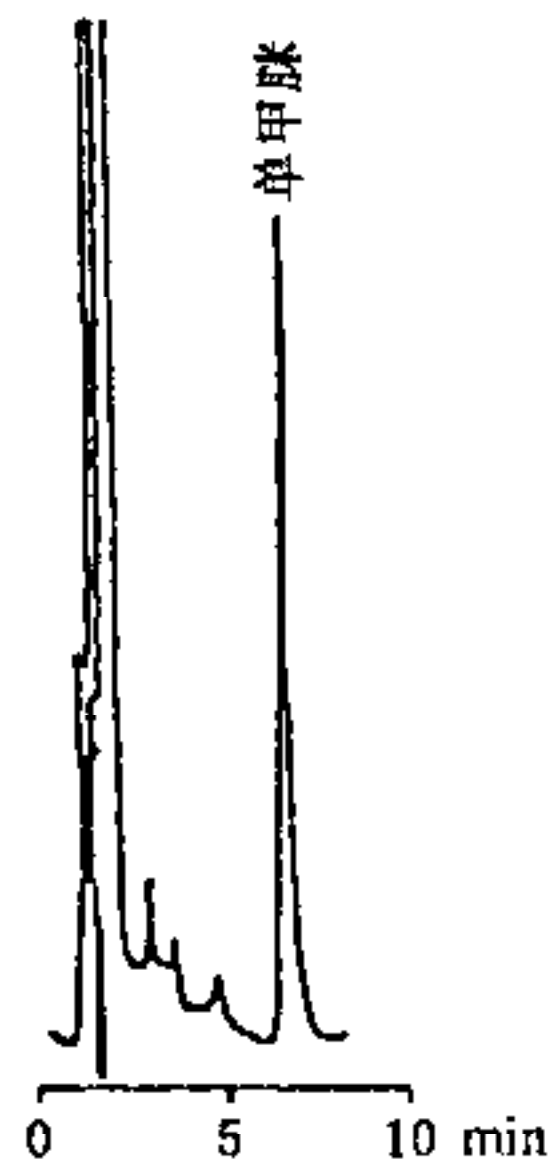


图 2 苹果加标试样的 HPLC 图

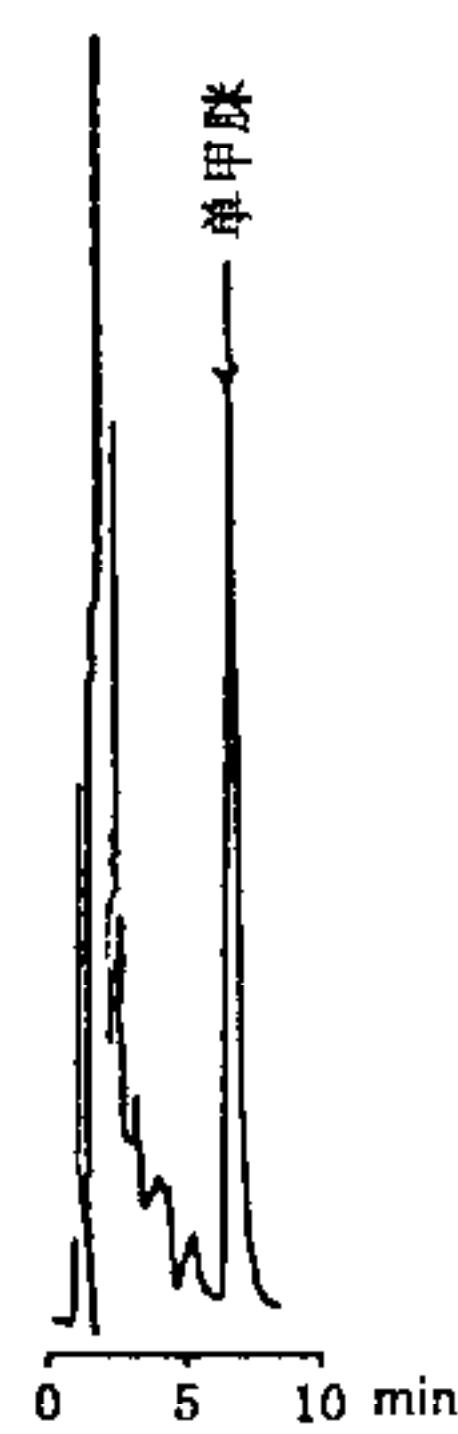


图 3 柑橘加标试样的 HPLC 图

6 结果计算

按下式计算：

$$X = \frac{2A \cdot V_1}{V_2 \cdot m}$$

式中：

X ——试样中单甲脒的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

A ——被测定试样溶液中单甲脒的量，单位为纳克(ng)；

V_1 ——试样溶液定容体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——试样体积，单位为微升(μ L)；

m ——试样质量，单位为克(g)。
