



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.136—2003
代替 GB/T 16341—1996

植物性食品中五氯硝基苯残留量的测定

Determination of quintozone 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 16341—1996《食品中五氯硝基苯残留量的测定》。

本标准与 GB/T 16341—1996 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《植物性食品中五氯硝基苯残留量的测定》；
- 按照 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。

本标准由吉林省卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人：李槐春、李青、金秀华、方赤光。

原标准于 1996 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中五氯硝基苯残留量的测定

1 范围

本标准规定了食品中五氯硝基苯残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜中五氯硝基苯残留量的测定。

本方法检出限为 5×10^{-3} ng; 粮食取样 5.0 g 时最低检出浓度为 0.005 mg/kg; 蔬菜取样 1.0 g 时最低检出浓度为 0.01 mg/kg。标准曲线线性范围 0.005 $\mu\text{g/mL}$ ~0.150 $\mu\text{g/mL}$;

2 原理

试样经正己烷萃取, 预处理小柱净化, 用气相色谱电子捕获检测器测定, 与标准系列比较定量。

3 试剂

3.1 正己烷: 重蒸馏。

3.2 丙酮-正己烷(1+9)。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 40 g/L 氯化钠水溶液。

3.5 五氯硝基苯标准贮备液和中间液: 准确称取五氯硝基苯(quintozene)0.010 0 g, 用正己烷溶解, 转入 100 mL 容量瓶中并用正己烷定容, 得到浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 储备液, 将储备液稀释 100 倍, 配成浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 的标准中间液。

3.6 五氯硝基苯标准使用液: 取中间液配制成浓度分别为 0.005, 0.010, 0.050, 0.100, 0.150 $\mu\text{g/mL}$ 系列标准使用液。

3.7 载体: Chromsorb W AW 80 目~100 目。

3.8 固定液: OV-17 和 QF-1。

4 仪器

4.1 气相色谱仪, 具电子捕获检测器。

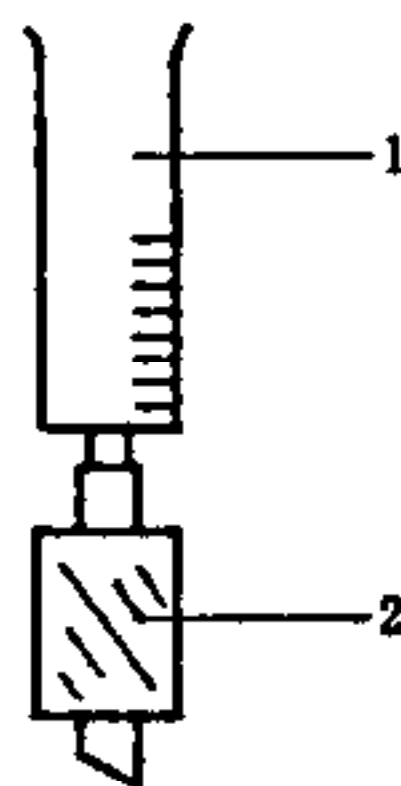
4.2 组织捣碎机。

4.3 离心机。

4.4 高速分散器。

4.5 小型粉碎机。

4.6 硅镁吸附剂预处理小柱(见图 1)。



1——注射器;

2——预处理小柱。

图 1

4.7 10 μL 微量注射器。

4.8 K-D 浓缩器的梨形瓶。

5 分析步骤

5.1 提取

5.1.1 粮食:称取经粉碎过 40 目筛的试样 5.0 g 置于 50 mL 离心管中,加 20 mL 正己烷,高速分散器(10 000 r/min)分散 4 min,离心(2 000 r/min)5 min,将提取液移入 25 mL 容量瓶中,向离心管中加 5 mL 正己烷,按上法再提取一遍,将提取液合并,定容至 25.0 mL。

5.1.2 蔬菜:取可食部分洗净切碎后,用组织捣碎机捣碎至匀浆,干性试样加一定量蒸馏水,取相当于 1.0 g 原试样的匀浆,置于 50 mL 离心管中,加 5 mL 正己烷提取,在高速分散器(10 000 r/min)分散 4 min,离心(2 000 r/min)5 min,将提取液移入 10 mL 容量瓶中,向离心管中加 3 mL 正己烷提取,合并两次提取液,定容至 10.0 mL。

5.2 净化

5.2.1 预处理柱的净化处理:先用 1 mL 丙酮-正己烷(1+9)分两次淋洗预处理柱,再用 1 mL 正己烷淋洗该柱,弃去淋洗液。

5.2.2 将提取液 5 mL 过柱,液体收集于 K-D 浓缩器的梨形瓶中,用丙酮-正己烷(1+9)3 mL 淋洗该柱,淋洗液并入上述 K-D 浓缩器的梨形瓶中,吹氮气浓缩至 1 mL,备用。

5.3 气相色谱参考条件

5.3.1 气化室(进样口)温度:230℃。

5.3.2 检测器温度:230℃。

5.3.3 柱箱温度:190℃。

5.3.4 载气(N_2)流速:50 mL/min。

5.3.5 色谱柱:内径 3 mm 柱长 1.5 m 玻璃柱,内装涂以 1.5% OV-17 + 2% QF-1 固定液,担体为 80 目~100 目 Chromsorb W AW。

5.4 测定

取 1 μL 五氯硝基苯标准使用液及试样注入气相色谱仪测定,试样与标准相比较,计算出试样中五氯硝基苯的含量。

6 结果计算

6.1 计算

按下式计算:

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{V_4}{V_3} \times 1\,000}$$

式中:

X——食品中五氯硝基苯含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A——标准曲线算得试样中五氯硝基苯质量,单位为纳克(ng);

V_1 ——试样注入色谱体积,单位为微升(μL);

V_2 ——净化液浓缩体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——提取液总体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——净化液的体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g)。

6.2 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

7 气相色谱参考图

色谱图(见图 2)。

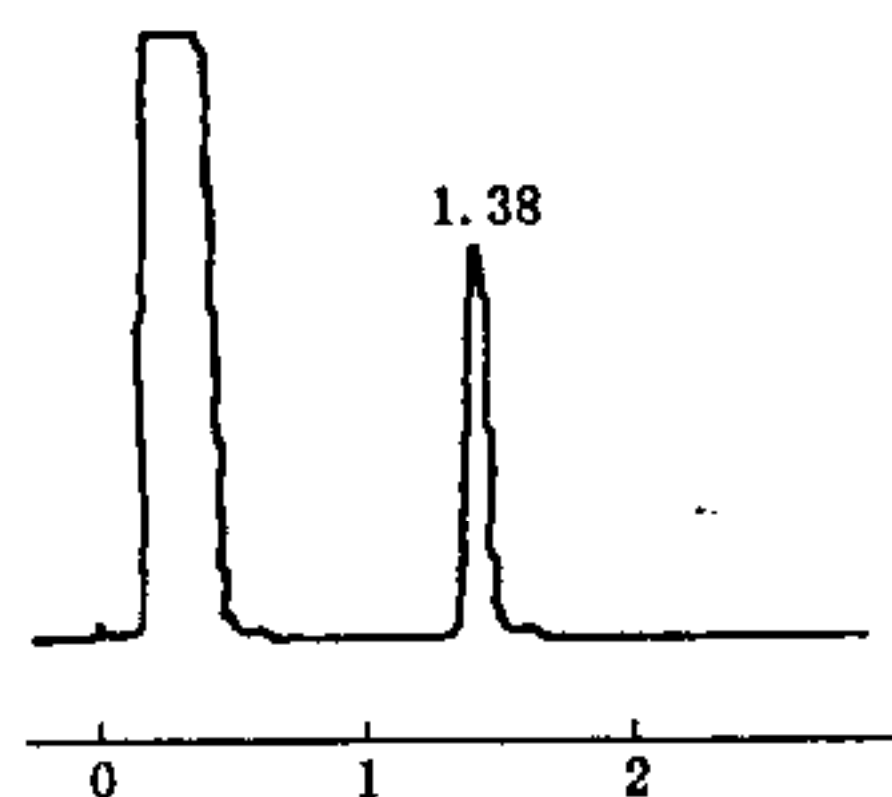


图 2 五氟硝基苯气相色谱标准参考图