

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.173—2003

梨果类、柑桔类水果中噻螨酮 残留量的测定

Determination of hexythiazox residues in pome and citrous fruits

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；参加起草单位：吉林省科学技术情报研究所、吉林省人民医院。

本标准主要起草人：李青、周春梅、周力、刘虹涛、常新。

引 言

噻螨酮(5-(4-氯苯基)-3-(*N*-酮己基氨基甲酰)-4-甲基噻唑烷-2-酮)是一种高效低毒杀螨剂,广泛用于防治苹果、柑桔中的螨类害虫。该药已在我国的梨果类和柑桔类水果上获得登记,我国已制定最大残留量标准,规定梨果类 ≤ 0.5 mg/kg,柑桔类 ≤ 0.5 mg/kg,本标准是为之配套的方法。

梨果类、柑桔类水果中噻螨酮残留量的测定

1 范围

本标准规定了梨果类、柑桔类水果中噻螨酮的测定方法。

本标准适用于梨果类、柑桔类水果中噻螨酮的测定。

本标准最低检出量:0.126 ng。

本方法的最佳线性范围:1 ng~40 ng。

2 原理

试样中的噻螨酮经提取、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 石油醚(沸程 30℃~60℃)。

3.2 甲醇。

3.3 洗脱液:石油醚-乙酸乙酯(99+1)。

3.4 无水硫酸钠:在 600℃灼烧 4 h,贮于密闭容器中备用。

3.5 液相色谱流动相:乙腈-水(70+30)。

3.6 40 g/L 硫酸钠水溶液。

3.7 预处理小柱:PT-硅镁吸附剂型。用石油醚-乙酸乙酯(99+1)淋洗该预处理小柱。

3.8 噻螨酮标准溶液:取噻螨酮 0.100 0 g(hexythiazox,纯度>99%),精确至 0.000 1 g,用甲醇溶解并定容 100 mL,标准液浓度 1 mg/mL。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪:具有紫外检测器。

4.2 超声波清洗器。

4.3 匀浆机。

4.4 旋转蒸发器。

4.5 过滤器。

5 分析步骤

5.1 试样制备

取已匀浆好的试样 5.0 g 于 50 mL 三角烧瓶中,加 20 mL 甲醇,摇匀后在超声波清洗器上提取 20 min,提取液过滤于 125 mL 分液漏斗中,用 10 mL 甲醇分两次清洗残渣,甲醇液合并于分液漏斗中。向分液漏斗中加 50 mL 40 g/L 硫酸钠水溶液,用 20、10、5 mL 的石油醚分三次萃取,合并石油醚经无水硫酸钠干燥,于旋转蒸发器上,浓缩近干。

5.2 净化

将 5.1 浓缩液转移到已处理好的预处理小柱中,用 20 mL 石油醚-乙酸乙酯(99+1)洗脱,收集洗脱液,在旋转蒸发器上浓缩至近干,氮气小心吹干,2 mL 甲醇溶解,过 0.45 μm 膜,备用。