

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.126—2003
代替 GB/T 14973—1994

植物性食品中三唑酮残留量的测定

Determination of triadimefon 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 14973—1994《食品中粉锈宁残留量的测定方法》。

本标准与 GB/T 14973—1994 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《植物性食品中三唑酮残留量的测定》;
- 按 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。

本标准起草单位:江苏农学院。

本标准主要起草人:刘臣辉、龚荐。

原标准于 1994 年首次发布,本次为第一次修订。

植物性食品中三唑酮残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食、蔬菜和水果中三唑酮残留量的测定方法。

本标准适用于使用过三唑酮的粮食、蔬菜和水果的残留量的测定。

本方法中三唑酮的检出限为 2.8×10^{-10} g。

2 原理

试样中三唑酮残留物经提取、净化后用气相色谱法测定。

氮磷检测器对含氮化合物具有较好的灵敏度。三唑酮及其主要代谢物羟锈宁与铷盐蒸汽相作用，产生 CN^- 离子流，使检测器收集极的电信号发生变化，这种变化过程被记录下来。试样色谱图上三唑酮和羟锈宁的峰高与标样色谱图相比，计算出三唑酮残留量。

出峰顺序：三唑酮，羟锈宁。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 二氯甲烷。

3.3 氯化钠。

3.4 无水硫酸钠，600℃烘 4 h 备用。

3.5 活性炭。

3.6 三氯甲烷。

3.7 弗罗里硅土(Florisil)60 目~100 目。650℃烘 5 h，加 3.5% 水脱活，稳定 4 d~6 d。

3.8 农药标准溶液

精密称取三唑酮(triadimefon)和羟锈宁(triadimenol)标准品各 50.00 mg，加丙酮溶解，分别定容至 100.0 mL，作为贮备液，放在冰箱中保存。此溶液每毫升相当于三唑酮或羟锈宁 500 μg 。

临用时吸取三唑酮和羟锈宁贮备液等量混合，用丙酮逐级稀释为使用液，三唑酮和羟锈宁浓度一般为 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4 仪器

4.1 小型粮食粉碎机。

4.2 高速组织捣碎机。

4.3 超声波发生器或往返式振荡器。

4.4 旋转蒸发器。

4.5 气相色谱仪，具有氮磷检测器和微机处理机。

5 分析步骤

5.1 提取

5.1.1 粮食：称 30.0 g 粉碎后过 60 目的试样，置于 500 mL 具塞三角瓶中，加入 80 mL 丙酮和 20 mL 蒸馏水，静置过夜后用振荡器提取 1 h，抽滤，残渣用 30 mL、30 mL 丙酮洗涤，合并提取液和洗涤液，在旋转蒸发器上浓缩(水浴 40℃~45℃，下同)，除去大部分丙酮，然后移至 250 mL 分液漏斗中，依次加入