

ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.105—2003  
代替 GB 14878—1994

---

## 黄瓜中百菌清残留量的测定

Determination of chlorothalonil residues in cucumber

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 14878—1994《食品中百菌清残留量的测定方法》。

本标准与 GB 14878—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《黄瓜中百菌清残留量的测定》；

——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：河北农业大学植保系农药残留组、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人：石键、沈在忠。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

## 黄瓜中百菌清残留量的测定

### 1 范围

本标准规定了黄瓜中百菌清残留量的测定方法。

本标准适用于使用过百菌清农药的黄瓜的残留量的测定。

本标准在黄瓜上的检出限为  $0.12 \times 10^{-11}$  g, 检出浓度为 0.048 mg/kg。

### 2 原理

试样中的百菌清经提取、净化后用具有电子捕获检测器的气相色谱仪测定, 与标准比较定量。百菌清含有电负性较强的氯原子, 采用电子捕获检测器定量测定, 计算出百菌清的含量。

### 3 试剂

3.1 弗罗里硅土(60目~80目)。

3.2 无水硫酸钠, 分析纯。

3.3 丙酮, 分析纯。

3.4 丁酮, 分析纯。

3.5 环己烷, 分析纯。

3.6 磷酸, 分析纯。

3.7 百菌清标准溶液: 精密称取百菌清(chlorothalonil)标准品, 用环己烷配成标准贮备液, 存放于冰箱中。

3.8 百菌清标准使用液: 将贮备液稀释到  $0.1 \mu\text{g}/\text{mL}$ , 存放在冰箱中备用。

### 4 仪器

4.1 气相色谱仪, 具有<sup>63</sup>Ni ECD。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 组织捣碎机。

4.4 层析柱, 1 cm(内径)×20 cm。

4.5 分液漏斗, 250 mL。

4.6 圆底烧瓶, 150 mL。

### 5 分析步骤

#### 5.1 提取

称取 25 g(精确至 0.001 g)黄瓜匀浆, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 60 mL 丙酮及 50%磷酸 2 mL, 充分振摇 2 min, 过滤, 用 20 mL 丙酮洗涤锥形瓶 2 次, 滤液全部移入 250 mL 分液漏斗中, 并加入 20 g/L 硫酸钠溶液 100 mL, 摇匀后用环己烷 60 mL 提取三次, 静置分层后, 提取液经无水硫酸钠漏斗干燥, 减压浓缩至 5 mL 待净化。

#### 5.2 净化

将层析柱底部垫少许脱脂棉, 依次装入 2 cm 无水硫酸钠, 7 g 弗罗里硅土, 2 cm 无水硫酸钠, 敲实并成一平面。然后用 15 mL 环己烷预淋层析柱, 弃去预淋液。将浓缩的试样提取液倒入柱中, 用 100 mL 环己烷-丁酮(20+1)混合液淋洗, 收集全部淋洗液, 浓缩后定容, 进行气相色谱分析。