

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

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℃ 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