

# 食品卫生检验方法理化标准汇编 GB/T5009 系列（2008 版）

此标准汇编由食品论坛会员 土豆烧牛肉 整理完成，欢迎下载。

| 标准名称                                             | 页码  |
|--------------------------------------------------|-----|
| GB/T 5009.7-2008 食品中还原糖的测定                       | 2   |
| GB/T 5009.8-2008 食品中蔗糖的测定                        | 15  |
| GB/T 5009.9-2008 食品中淀粉的测定                        | 23  |
| GB/T 5009.19-2008 食品中有机氯农药多组分残留量的测定              | 31  |
| GB/T 5009.33-2008 食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定                 | 43  |
| GB/T 5009.49-2008 发酵酒及其配制酒卫生标准的分析方法              | 55  |
| GB/T 5009.69-2008 食品罐头内壁环氧酚醛涂料卫生标准的分析方法          | 63  |
| GB/T 5009.88-2008 食品中膳食纤维的测定                     | 75  |
| GB/T 5009.118-2008 谷物中 T-2 毒素的测定                 | 86  |
| GB/T 5009.146-2008 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定    | 95  |
| GB/T 5009.162-2008 动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯类农药多组分残留量的测定 | 121 |
| GB/T 5009.207-2008 糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定           | 141 |
| GB/T 5009.208-2008 食品中生物胺含量的测定                   | 160 |
| GB/T 5009.209-2008 谷物中玉米赤霉烯酮的测定                  | 167 |
| GB/T 5009.210-2008 食品中泛酸的测定                      | 173 |
| GB/T 5009.211-2008 食品中叶酸的测定                      | 184 |
| GB/T 5009.212-2008 贝类中腹泻性贝类毒素的测定                 | 196 |
| GB/T 5009.213-2008 贝类中麻痹性贝类毒素的测定                 | 202 |
| GB/T 5009.215-2008 食品中有机锡含量的测定                   | 213 |
| GB/T 5009.217-2008 保健食品中维生素 B12 的测定              | 224 |
| GB/T 5009.218-2008 水果和蔬菜中多种农药残留量的测定              | 230 |
| GB/T 5009.219-2008 粮谷中矮壮素残留量的测定                  | 278 |
| GB/T 5009.220-2008 粮谷中敌菌灵残留量的测定                  | 285 |
| GB/T 5009.221-2008 粮谷中敌草快残留量的测定                  | 294 |
| GB/T 5009.222-2008 红曲类产品中桔青霉素的测定                 | 300 |



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.7—2008  
代替 GB/T 5009.7—2003

## 食品中还原糖的测定

Determination of reducing sugar in foods

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-11-21 发布

2009-03-01 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

本标准代替 GB/T 5009.7—2003《食品中还原糖的测定》。

本标准与 GB/T 5009.7—2003 相比主要修改如下：

- 增加了检出限；
- 对食品样品的分类重新界定；
- 增加了第一法“直接滴定法”的反滴定公式；
- 明确计算结果的有效数字。

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：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、北京市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：杨大进、常迪、赵馨、吴国华、薛颖。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5009.7—1985、GB/T 5009.7—2003。

 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 食品中还原糖的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中还原糖含量的测定方法。

本标准适用于食品中还原糖含量的测定。

当称样量为 5.0 g 时,直接滴定法的检出限为 0.25 g/100 g,高锰酸钾滴定法的检出限为 0.5 g/100 g。

### 第一法 直接滴定法

### 2 原理

试样经除去蛋白质后,在加热条件下,以亚甲蓝作指示剂,滴定标定过的碱性酒石酸铜溶液(用还原糖标准溶液标定),根据样品液消耗体积计算还原糖含量。

### 3 试剂

除非另有规定,本方法中所用试剂均为分析纯。

- 3.1 盐酸(HCl)。
- 3.2 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )。
- 3.3 亚甲蓝( $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ):指示剂。
- 3.4 酒石酸钾钠[ $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ]。
- 3.5 氢氧化钠(NaOH)。
- 3.6 乙酸锌[ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ]。
- 3.7 冰乙酸( $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ )。
- 3.8 亚铁氰化钾[ $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ]。
- 3.9 葡萄糖( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ )。
- 3.10 果糖( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ )。
- 3.11 乳糖( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ )。
- 3.12 蔗糖( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ )。
- 3.13 碱性酒石酸铜甲液:称取 15 g 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )及 0.05 g 亚甲蓝,溶于水中并稀释至 1 000 mL。
- 3.14 碱性酒石酸铜乙液:称取 50 g 酒石酸钾钠、75 g 氢氧化钠,溶于水中,再加入 4 g 亚铁氰化钾,完全溶解后,用水稀释至 1 000 mL,贮存于橡胶塞玻璃瓶内。
- 3.15 乙酸锌溶液(219 g/L):称取 21.9 g 乙酸锌,加 3 mL 冰乙酸,加水溶解并稀释至 100 mL。
- 3.16 亚铁氰化钾溶液(106 g/L):称取 10.6 g 亚铁氰化钾,加水溶解并稀释至 100 mL。
- 3.17 氢氧化钠溶液(40 g/L):称取 4 g 氢氧化钠,加水溶解并稀释至 100 mL。
- 3.18 盐酸溶液(1+1):量取 50 mL 盐酸,加水稀释至 100 mL。
- 3.19 葡萄糖标准溶液:称取 1 g(精确至 0.000 1 g)经过 98 ℃~100 ℃干燥 2 h 的葡萄糖,加水溶解后加入 5 mL 盐酸,并以水稀释至 1 000 mL。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 葡萄糖。
- 3.20 果糖标准溶液:称取 1 g(精确至 0.000 1 g)经过 98 ℃~100 ℃干燥 2 h 的果糖,加水溶解后加入

5 mL 盐酸,并以水稀释至 1 000 mL。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 果糖。

3.21 乳糖标准溶液:称取 1 g(精确至 0.000 1 g)经过  $96\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥 2 h 的乳糖,加水溶解后加入 5 mL 盐酸,并以水稀释至 1 000 mL。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 乳糖(含水)。

3.22 转化糖标准溶液:准确称取 1.052 6 g 蔗糖,用 100 mL 水溶解,置具塞三角瓶中,加 5 mL 盐酸(1+1),在  $68\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 70\text{ }^{\circ}\text{C}$  水浴中加热 15 min,放置至室温,转移至 1 000 mL 容量瓶中并定容至 1 000 mL,每毫升标准溶液相当于 1.0 mg 转化糖。

#### 4 仪器

4.1 酸式滴定管:25 mL。

4.2 可调电炉:带石棉板。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试样处理

5.1.1 一般食品:称取粉碎后的固体试样 2.5 g~5 g 或混匀后的液体试样 5 g~25 g,精确至 0.001 g,置 250 mL 容量瓶中,加 50 mL 水,慢慢加入 5 mL 乙酸锌溶液及 5 mL 亚铁氰化钾溶液,加水至刻度,混匀,静置 30 min,用干燥滤纸过滤,弃去初滤液,取续滤液备用。

5.1.2 酒精性饮料:称取约 100 g 混匀后的试样,精确至 0.01 g,置于蒸发皿中,用氢氧化钠(40 g/L)溶液中和至中性,在水浴上蒸发至原体积的 1/4 后,移入 250 mL 容量瓶中,以下按 5.1.1 自“慢慢加入 5 mL 乙酸锌溶液”起依法操作。

5.1.3 含大量淀粉的食品:称取 10 g~20 g 粉碎后或混匀后的试样,精确至 0.001 g,置 250 mL 容量瓶中,加 200 mL 水,在  $45\text{ }^{\circ}\text{C}$  水浴中加热 1 h,并时时振摇。冷后加水至刻度,混匀,静置、沉淀。吸取 200 mL 上清液置另一 250 mL 容量瓶中,以下按 5.1.1 自“慢慢加入 5 mL 乙酸锌溶液”起依法操作。

5.1.4 碳酸类饮料:称取约 100 g 混匀后的试样,精确至 0.01 g,试样置蒸发皿中,在水浴上微热搅拌除去二氧化碳后,移入 250 mL 容量瓶中,并用水洗涤蒸发皿,洗液并入容量瓶中,再加水至刻度,混匀后,备用。

##### 5.2 标定碱性酒石酸铜溶液

吸取 5.0 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 mL 碱性酒石酸铜乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,从滴定管滴加约 9 mL 葡萄糖或其他还原糖标准溶液,控制在 2 min 内加热至沸,趁热以 1 滴/2 s 的速度继续滴加葡萄糖或其他还原糖标准溶液,直至溶液蓝色刚好褪去为终点,记录消耗葡萄糖或其他还原糖标准溶液的总体积,同时平行操作三份,取其平均值,计算每 10 mL(甲、乙液各 5 mL)碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量或其他还原糖的质量(mg)[也可以按上述方法标定 4 mL~20 mL 碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)来适应试样中还原糖的浓度变化]。

##### 5.3 试样溶液预测

吸取 5.0 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 mL 碱性酒石酸铜乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,控制在 2 min 内加热至沸,保持沸腾以先快后慢的速度,从滴定管中滴加试样溶液,并保持溶液沸腾状态,待溶液颜色变浅时,以 1 滴/2 s 的速度滴定,直至溶液蓝色刚好褪去为终点,记录样液消耗体积。当样液中还原糖浓度过高时,应适当稀释后再进行正式测定,使每次滴定消耗样液的体积控制在与标定碱性酒石酸铜溶液时所消耗的还原糖标准溶液的体积相近,约 10 mL 左右,结果按式(1)计算。当浓度过低时则采取直接加入 10 mL 样品液,免去加水 10 mL,再用还原糖标准溶液滴定至终点,记录消耗的体积与标定时消耗的还原糖标准溶液体积之差相当于 10 mL 样液中所含还原糖的量,结果按式(2)计算。

#### 5.4 试样溶液测定

吸取 5.0 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 mL 碱性酒石酸铜乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,从滴定管滴加比预测体积少 1 mL 的试样溶液至锥形瓶中,使在 2 min 内加热至沸,保持沸腾继续以 1 滴/2s 的速度滴定,直至蓝色刚好褪去为终点,记录样液消耗体积,同法平行操作三份,得出平均消耗体积。

#### 6 结果计算

试样中还原糖的含量(以某种还原糖计)按式(1)进行计算:

$$X = \frac{m_1}{m \times V/250 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$X$ ——试样中还原糖的含量(以某种还原糖计),单位为克每百克(g/100 g);

$m_1$ ——碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)相当于某种还原糖的质量,单位为毫克(mg);

$m$ ——试样质量,单位为克(g);

$V$ ——测定时平均消耗试样溶液体积,单位为毫升(mL)。

当浓度过低时试样中还原糖的含量(以某种还原糖计)按式(2)进行计算:

$$X = \frac{m_2}{m \times 10/250 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$X$ ——试样中还原糖的含量(以某种还原糖计),单位为克每百克(g/100 g);

$m_2$ ——标定时体积与加入样品后消耗的还原糖标准溶液体积之差相当于某种还原糖的质量,单位为毫克(mg);

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

还原糖含量 $\geq 10$  g/100 g 时计算结果保留三位有效数字;还原糖含量 $< 10$  g/100 g 时,计算结果保留两位有效数字。

### 第二法 高锰酸钾滴定法

#### 7 原理

试样经除去蛋白质后,其中还原糖把铜盐还原为氧化亚铜,加硫酸铁后,氧化亚铜被氧化为铜盐,以高锰酸钾溶液滴定氧化作用后生成的亚铁盐,根据高锰酸钾消耗量,计算氧化亚铜含量,再查表得还原糖量。

#### 8 试剂

除非另有规定,本方法中所用试剂均为分析纯。

8.1 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )。

8.2 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )。

8.3 酒石酸钾钠( $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )。

8.4 硫酸铁 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3]$ 。

8.5 盐酸( $\text{HCl}$ )。

8.6 碱性酒石酸铜甲液:称取 34.639 g 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ),加适量水溶解,加 0.5 mL 硫酸,再加水稀释至 500 mL,用精制石棉过滤。

8.7 碱性酒石酸铜乙液:称取 173 g 酒石酸钾钠与 50 g 氢氧化钠,加适量水溶解,并稀释至 500 mL,用精制石棉过滤,贮存于橡胶塞玻璃瓶内。

8.8 氢氧化钠溶液(40 g/L):称取 4 g 氢氧化钠,加水溶解并稀释至 100 mL。

8.9 硫酸铁溶液(50 g/L):称取 50 g 硫酸铁,加入 200 mL 水溶解后,慢慢加入 100 mL 硫酸,冷后加水稀释至 1 000 mL。

8.10 盐酸(3 mol/L):量取 30 mL 盐酸,加水稀释至 120 mL。

8.11 高锰酸钾标准溶液[ $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.100\ 0\ \text{mol/L}$ ]。

8.12 精制石棉:取石棉先用盐酸(3 mol/L)浸泡 2 d~3 d,用水洗净,再加氢氧化钠液体(400 g/L)浸泡 2 d~3 d,倾去溶液,再用热碱性酒石酸铜乙液浸泡数小时,用水洗净。再以盐酸(3 mol/L)浸泡数小时,以水洗至不呈酸性。然后加水振摇,使成细微的浆状软纤维,用水浸泡并贮存于玻璃瓶中,即可作填充古氏坩埚用。

## 9 仪器

9.1 25 mL 古氏坩埚或 G4 垂融坩埚。

9.2 真空泵。

## 10 分析步骤

### 10.1 试样处理

10.1.1 一般食品:称取粉碎后的固体试样约 2.5 g~5 g 或混匀后的液体试样 25 g~50 g,精确至 0.001 g,置 250 mL 容量瓶中,加水 50 mL,摇匀后加 10 mL 碱性酒石酸铜甲液及 4 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L),加水至刻度,混匀。静置 30 min,用干燥滤纸过滤,弃去初滤液,取续滤液备用。

10.1.2 酒精性饮料:称取约 100 g 混匀后的试样,精确至 0.01 g,置于蒸发皿中,用氢氧化钠溶液(40 g/L)中和至中性,在水浴上蒸发至原体积的 1/4 后,移入 250 mL 容量瓶中。加 50 mL 水,混匀。以下按 10.1.1 自“加 10 mL 碱性酒石酸铜甲液”起依法操作。

10.1.3 含大量淀粉的食品:称取 10 g~20 g 粉碎或混匀后的试样,精确至 0.001 g,置 250 mL 容量瓶中,加 200 mL 水,在 45 ℃水浴中加热 1 h,并时时振摇。冷后加水至刻度,混匀,静置。吸取 200 mL 上清液置另一 250 mL 容量瓶中,以下按 10.1.1 自“加 10 mL 碱性酒石酸铜甲液”起依法操作。

10.1.4 碳酸类饮料:称取约 100 g 混匀后的试样,精确至 0.01 g,试样置于蒸发皿中,在水浴上除去二氧化碳后,移入 250 mL 容量瓶中,并用水洗涤蒸发皿,洗液并入容量瓶中,再加水至刻度,混匀后,备用。

### 10.2 测定

吸取 50.00 mL 处理后的试样溶液,于 400 mL 烧杯内,加入 25 mL 碱性酒石酸铜甲液及 25 mL 乙液,于烧杯上盖一表面皿,加热,控制在 4 min 内沸腾,再准确煮沸 2 min,趁热用铺好石棉的古氏坩埚或 G4 垂融坩埚抽滤,并用 60 ℃热水洗涤烧杯及沉淀,至洗液不呈碱性为止。将古氏坩埚或垂融坩埚放回原 400 mL 烧杯中,加 25 mL 硫酸铁溶液及 25 mL 水,用玻棒搅拌使氧化亚铜完全溶解,以高锰酸钾标准溶液[ $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.100\ 0\ \text{mol/L}$ ]滴定至微红色为终点。

同时吸取 50 mL 水,加入与测定试样时相同量的碱性酒石酸铜甲液、乙液、硫酸铁溶液及水,按同一方法做空白试验。

### 10.3 结果计算

试样中还原糖质量相当于氧化亚铜的质量,按式(3)进行计算。

$$X = (V - V_0) \times c \times 71.54 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$X$ ——试样中还原糖质量相当于氧化亚铜的质量,单位为毫克(mg);

$V$ ——测定用试样液消耗高锰酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——试剂空白消耗高锰酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c$ ——高锰酸钾标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

71.54——1 mL 1.000 mol/L 高锰酸钾溶液相当于氧化亚铜的质量,单位为毫克(mg)。

根据式中计算所得氧化亚铜质量,查表 1,再计算试样中还原糖含量,按式(4)进行计算。

$$X = \frac{m_3}{m_4 \times V / 250 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$X$ ——试样中还原糖的含量,单位为克每百克(g/100 g);

$m_3$ ——查表得还原糖质量,单位为毫克(mg);

$m_4$ ——试样质量(体积),单位为克或毫升(g 或 mL);

$V$ ——测定用试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

250——试样处理后的总体积,单位为毫升(mL)。

还原糖含量 $\geq 10$  g/100 g 时计算结果保留三位有效数字;还原糖含量 $< 10$  g/100 g 时,计算结果保留两位有效数字。

表 1 相当于氧化亚铜质量的葡萄糖、果糖、乳糖、转化糖质量表

单位为毫克

| 氧化亚铜 | 葡萄糖  | 果糖   | 乳糖<br>(含水) | 转化糖  | 氧化亚铜 | 葡萄糖  | 果糖   | 乳糖<br>(含水) | 转化糖  |
|------|------|------|------------|------|------|------|------|------------|------|
| 11.3 | 4.6  | 5.1  | 7.7        | 5.2  | 33.8 | 14.3 | 15.8 | 23.0       | 15.3 |
| 12.4 | 5.1  | 5.6  | 8.5        | 5.7  | 34.9 | 14.8 | 16.3 | 23.8       | 15.8 |
| 13.5 | 5.6  | 6.1  | 9.3        | 6.2  | 36.0 | 15.3 | 16.8 | 24.5       | 16.3 |
| 14.6 | 6.0  | 6.7  | 10.0       | 6.7  | 37.2 | 15.7 | 17.4 | 25.3       | 16.8 |
| 15.8 | 6.5  | 7.2  | 10.8       | 7.2  | 38.3 | 16.2 | 17.9 | 26.1       | 17.3 |
| 16.9 | 7.0  | 7.7  | 11.5       | 7.7  | 39.4 | 16.7 | 18.4 | 26.8       | 17.8 |
| 18.0 | 7.5  | 8.3  | 12.3       | 8.2  | 40.5 | 17.2 | 19.0 | 27.6       | 18.3 |
| 19.1 | 8.0  | 8.8  | 13.1       | 8.7  | 41.7 | 17.7 | 19.5 | 28.4       | 18.9 |
| 20.3 | 8.5  | 9.3  | 13.8       | 9.2  | 42.8 | 18.2 | 20.1 | 29.1       | 19.4 |
| 21.4 | 8.9  | 9.9  | 14.6       | 9.7  | 43.9 | 18.7 | 20.6 | 29.9       | 19.9 |
| 22.5 | 9.4  | 10.4 | 15.4       | 10.2 | 45.0 | 19.2 | 21.1 | 30.6       | 20.4 |
| 23.6 | 9.9  | 10.9 | 16.1       | 10.7 | 46.2 | 19.7 | 21.7 | 31.4       | 20.9 |
| 24.8 | 10.4 | 11.5 | 16.9       | 11.2 | 47.3 | 20.1 | 22.2 | 32.2       | 21.4 |
| 25.9 | 10.9 | 12.0 | 17.7       | 11.7 | 48.4 | 20.6 | 22.8 | 32.9       | 21.9 |
| 27.0 | 11.4 | 12.5 | 18.4       | 12.3 | 49.5 | 21.1 | 23.3 | 33.7       | 22.4 |
| 28.1 | 11.9 | 13.1 | 19.2       | 12.8 | 50.7 | 21.6 | 23.8 | 34.5       | 22.9 |
| 29.3 | 12.3 | 13.6 | 19.9       | 13.3 | 51.8 | 22.1 | 24.4 | 35.2       | 23.5 |
| 30.4 | 12.8 | 14.2 | 20.7       | 13.8 | 52.9 | 22.6 | 24.9 | 36.0       | 24.0 |
| 31.5 | 13.3 | 14.7 | 21.5       | 14.3 | 54.0 | 23.1 | 25.4 | 36.8       | 24.5 |
| 32.6 | 13.8 | 15.2 | 22.2       | 14.8 | 55.2 | 23.6 | 26.0 | 37.5       | 25.0 |

表 1 (续)

单位为毫克

| 氧化亚铜  | 葡萄糖  | 果 糖  | 乳糖<br>(含水) | 转化糖  | 氧化亚铜  | 葡萄糖  | 果 糖  | 乳糖<br>(含水) | 转化糖  |
|-------|------|------|------------|------|-------|------|------|------------|------|
| 56.3  | 24.1 | 26.5 | 38.3       | 25.5 | 112.6 | 49.0 | 53.8 | 76.7       | 51.5 |
| 57.4  | 24.6 | 27.1 | 39.1       | 26.0 | 113.7 | 49.5 | 54.4 | 77.4       | 52.0 |
| 58.5  | 25.1 | 27.6 | 39.8       | 26.5 | 114.8 | 50.0 | 54.9 | 78.2       | 52.5 |
| 59.7  | 25.6 | 28.2 | 40.6       | 27.0 | 116.0 | 50.6 | 55.5 | 79.0       | 53.0 |
| 60.8  | 26.1 | 28.7 | 41.4       | 27.6 | 117.1 | 51.1 | 56.0 | 79.7       | 53.6 |
| 61.9  | 26.5 | 29.2 | 42.1       | 28.1 | 118.2 | 51.6 | 56.6 | 80.5       | 54.1 |
| 63.0  | 27.0 | 29.8 | 42.9       | 28.6 | 119.3 | 52.1 | 57.1 | 81.3       | 54.6 |
| 64.2  | 27.5 | 30.3 | 43.7       | 29.1 | 120.5 | 52.6 | 57.7 | 82.1       | 55.2 |
| 65.3  | 28.0 | 30.9 | 44.4       | 29.6 | 121.6 | 53.1 | 58.2 | 82.8       | 55.7 |
| 66.4  | 28.5 | 31.4 | 45.2       | 30.1 | 122.7 | 53.6 | 58.8 | 83.6       | 56.2 |
| 67.6  | 29.0 | 31.9 | 46.0       | 30.6 | 123.8 | 54.1 | 59.3 | 84.4       | 56.7 |
| 68.7  | 29.5 | 32.5 | 46.7       | 31.2 | 125.0 | 54.6 | 59.9 | 85.1       | 57.3 |
| 69.8  | 30.0 | 33.0 | 47.5       | 31.7 | 126.1 | 55.1 | 60.4 | 85.9       | 57.8 |
| 70.9  | 30.5 | 33.6 | 48.3       | 32.2 | 127.2 | 55.6 | 61.0 | 86.7       | 58.3 |
| 72.1  | 31.0 | 34.1 | 49.0       | 32.7 | 128.3 | 56.1 | 61.6 | 87.4       | 58.9 |
| 73.2  | 31.5 | 34.7 | 49.8       | 33.2 | 129.5 | 56.7 | 62.1 | 88.2       | 59.4 |
| 74.3  | 32.0 | 35.2 | 50.6       | 33.7 | 130.6 | 57.2 | 62.7 | 89.0       | 59.9 |
| 75.4  | 32.5 | 35.8 | 51.3       | 34.3 | 131.7 | 57.7 | 63.2 | 89.8       | 60.4 |
| 76.6  | 33.0 | 36.3 | 52.1       | 34.8 | 132.8 | 58.2 | 63.8 | 90.5       | 61.0 |
| 77.7  | 33.5 | 36.8 | 52.9       | 35.3 | 134.0 | 58.7 | 64.3 | 91.3       | 61.5 |
| 78.8  | 34.0 | 37.4 | 53.6       | 35.8 | 135.1 | 59.2 | 64.9 | 92.1       | 62.0 |
| 79.9  | 34.5 | 37.9 | 54.4       | 36.3 | 136.2 | 59.7 | 65.4 | 92.8       | 62.6 |
| 81.1  | 35.0 | 38.5 | 55.2       | 36.8 | 137.4 | 60.2 | 66.0 | 93.6       | 63.1 |
| 82.2  | 35.5 | 39.0 | 55.9       | 37.4 | 138.5 | 60.7 | 66.5 | 94.4       | 63.6 |
| 83.3  | 36.0 | 39.6 | 56.7       | 37.9 | 139.6 | 61.3 | 67.1 | 95.2       | 64.2 |
| 84.4  | 36.5 | 40.1 | 57.5       | 38.4 | 140.7 | 61.8 | 67.7 | 95.9       | 64.7 |
| 85.6  | 37.0 | 40.7 | 58.2       | 38.9 | 141.9 | 62.3 | 68.2 | 96.7       | 65.2 |
| 86.7  | 37.5 | 41.2 | 59.0       | 39.4 | 143.0 | 62.8 | 68.8 | 97.5       | 65.8 |
| 87.8  | 38.0 | 41.7 | 59.8       | 40.0 | 144.1 | 63.3 | 69.3 | 98.2       | 66.3 |
| 88.9  | 38.5 | 42.3 | 60.5       | 40.5 | 145.2 | 63.8 | 69.9 | 99.0       | 66.8 |
| 90.1  | 39.0 | 42.8 | 61.3       | 41.0 | 146.4 | 64.3 | 70.4 | 99.8       | 67.4 |
| 91.2  | 39.5 | 43.4 | 62.1       | 41.5 | 147.5 | 64.9 | 71.0 | 100.6      | 67.9 |
| 92.3  | 40.0 | 43.9 | 62.8       | 42.0 | 148.6 | 65.4 | 71.6 | 101.3      | 68.4 |
| 93.4  | 40.5 | 44.5 | 63.6       | 42.6 | 149.7 | 65.9 | 72.1 | 102.1      | 69.0 |
| 94.6  | 41.0 | 45.0 | 64.4       | 43.1 | 150.9 | 66.4 | 72.7 | 102.9      | 69.5 |
| 95.7  | 41.5 | 45.6 | 65.1       | 43.6 | 152.0 | 66.9 | 73.2 | 103.6      | 70.0 |
| 96.8  | 42.0 | 46.1 | 65.9       | 44.1 | 153.1 | 67.4 | 73.8 | 104.4      | 70.6 |
| 97.9  | 42.5 | 46.7 | 66.7       | 44.7 | 154.2 | 68.0 | 74.3 | 105.2      | 71.1 |
| 99.1  | 43.0 | 47.2 | 67.4       | 45.2 | 155.4 | 68.5 | 74.9 | 106.0      | 71.6 |
| 100.2 | 43.5 | 47.8 | 68.2       | 45.7 | 156.5 | 69.0 | 75.5 | 106.7      | 72.2 |
| 101.3 | 44.0 | 48.3 | 69.0       | 46.2 | 157.6 | 69.5 | 76.0 | 107.5      | 72.7 |
| 102.5 | 44.5 | 48.9 | 69.7       | 46.7 | 158.7 | 70.0 | 76.6 | 108.3      | 73.2 |
| 103.6 | 45.0 | 49.4 | 70.5       | 47.3 | 159.9 | 70.5 | 77.1 | 109.0      | 73.8 |
| 104.7 | 45.5 | 50.0 | 71.3       | 47.8 | 161.0 | 71.1 | 77.7 | 109.8      | 74.3 |
| 105.8 | 46.0 | 50.5 | 72.1       | 48.3 | 162.1 | 71.6 | 78.3 | 110.6      | 74.9 |
| 107.0 | 46.5 | 51.1 | 72.8       | 48.8 | 163.2 | 72.1 | 78.8 | 111.4      | 75.4 |
| 108.1 | 47.0 | 51.6 | 73.6       | 49.4 | 164.4 | 72.6 | 79.4 | 112.1      | 75.9 |
| 109.2 | 47.5 | 52.2 | 74.4       | 49.9 | 165.5 | 73.1 | 80.0 | 112.9      | 76.5 |
| 110.3 | 48.0 | 52.7 | 75.1       | 50.4 | 166.6 | 73.7 | 80.5 | 113.7      | 77.0 |
| 111.5 | 48.5 | 53.3 | 75.9       | 50.9 | 167.8 | 74.2 | 81.1 | 114.4      | 77.6 |

表 1 (续)

单位为毫克

| 氧化亚铜  | 葡萄糖   | 果 糖   | 乳糖<br>(含水) | 转化糖   | 氧化亚铜  | 葡萄糖   | 果 糖   | 乳糖<br>(含水) | 转化糖   |
|-------|-------|-------|------------|-------|-------|-------|-------|------------|-------|
| 168.9 | 74.7  | 81.6  | 115.2      | 78.1  | 225.2 | 101.1 | 110.0 | 153.9      | 105.4 |
| 170.0 | 75.2  | 82.2  | 116.0      | 78.6  | 226.3 | 101.6 | 110.6 | 154.7      | 106.0 |
| 171.1 | 75.7  | 82.8  | 116.8      | 79.2  | 227.4 | 102.2 | 111.1 | 155.5      | 106.5 |
| 172.3 | 76.3  | 83.3  | 117.5      | 79.7  | 228.5 | 102.7 | 111.7 | 156.3      | 107.1 |
| 173.4 | 76.8  | 83.9  | 118.3      | 80.3  | 229.7 | 103.2 | 112.3 | 157.0      | 107.6 |
| 174.5 | 77.3  | 84.4  | 119.1      | 80.8  | 230.8 | 103.8 | 112.9 | 157.8      | 108.2 |
| 175.6 | 77.8  | 85.0  | 119.9      | 81.3  | 231.9 | 104.3 | 113.4 | 158.6      | 108.7 |
| 176.8 | 78.3  | 85.6  | 120.6      | 81.9  | 233.1 | 104.8 | 114.0 | 159.4      | 109.3 |
| 177.9 | 78.9  | 86.1  | 121.4      | 82.4  | 234.2 | 105.4 | 114.6 | 160.2      | 109.8 |
| 179.0 | 79.4  | 86.7  | 122.2      | 83.0  | 235.3 | 105.9 | 115.2 | 160.9      | 110.4 |
| 180.1 | 79.9  | 87.3  | 122.9      | 83.5  | 236.4 | 106.5 | 115.7 | 161.7      | 110.9 |
| 181.3 | 80.4  | 87.8  | 123.7      | 84.0  | 237.6 | 107.0 | 116.3 | 162.5      | 111.5 |
| 182.4 | 81.0  | 88.4  | 124.5      | 84.6  | 238.7 | 107.5 | 116.9 | 163.3      | 112.1 |
| 183.5 | 81.5  | 89.0  | 125.3      | 85.1  | 239.8 | 108.1 | 117.5 | 164.0      | 112.6 |
| 184.5 | 82.0  | 89.5  | 126.0      | 85.7  | 240.9 | 108.6 | 118.0 | 164.8      | 113.2 |
| 185.8 | 82.5  | 90.1  | 126.8      | 86.2  | 242.1 | 109.2 | 118.6 | 165.6      | 113.7 |
| 186.9 | 83.1  | 90.6  | 127.6      | 86.8  | 243.1 | 109.7 | 119.2 | 166.4      | 114.3 |
| 188.0 | 83.6  | 91.2  | 128.4      | 87.3  | 244.3 | 110.2 | 119.8 | 167.1      | 114.9 |
| 189.1 | 84.1  | 91.8  | 129.1      | 87.8  | 245.4 | 110.8 | 120.3 | 167.9      | 115.4 |
| 190.3 | 84.6  | 92.3  | 129.9      | 88.4  | 246.6 | 111.3 | 120.9 | 168.7      | 116.0 |
| 191.4 | 85.2  | 92.9  | 130.7      | 88.9  | 247.7 | 111.9 | 121.5 | 169.5      | 116.5 |
| 192.5 | 85.7  | 93.5  | 131.5      | 89.5  | 248.8 | 112.4 | 122.1 | 170.3      | 117.1 |
| 193.6 | 86.2  | 94.0  | 132.2      | 90.0  | 249.9 | 112.9 | 122.6 | 171.0      | 117.6 |
| 194.8 | 86.7  | 94.6  | 133.0      | 90.6  | 251.1 | 113.5 | 123.2 | 171.8      | 118.2 |
| 195.9 | 87.3  | 95.2  | 133.8      | 91.1  | 252.2 | 114.0 | 123.8 | 172.6      | 118.8 |
| 197.0 | 87.8  | 95.7  | 134.6      | 91.7  | 253.3 | 114.6 | 124.4 | 173.4      | 119.3 |
| 198.1 | 88.3  | 96.3  | 135.3      | 92.2  | 254.4 | 115.1 | 125.0 | 174.2      | 119.9 |
| 199.3 | 88.9  | 96.9  | 136.1      | 92.8  | 255.6 | 115.7 | 125.5 | 174.9      | 120.4 |
| 200.4 | 89.4  | 97.4  | 136.9      | 93.3  | 256.7 | 116.2 | 126.1 | 175.7      | 121.0 |
| 201.5 | 89.9  | 98.0  | 137.7      | 93.8  | 257.8 | 116.7 | 126.7 | 176.5      | 121.6 |
| 202.7 | 90.4  | 98.6  | 138.4      | 94.4  | 258.9 | 117.3 | 127.3 | 177.3      | 122.1 |
| 203.8 | 91.0  | 99.2  | 139.2      | 94.9  | 260.1 | 117.8 | 127.9 | 178.1      | 122.7 |
| 204.9 | 91.5  | 99.7  | 140.0      | 95.5  | 261.2 | 118.4 | 128.4 | 178.8      | 123.3 |
| 206.0 | 92.0  | 100.3 | 140.8      | 96.0  | 262.3 | 118.9 | 129.0 | 179.6      | 123.8 |
| 207.2 | 92.6  | 100.9 | 141.5      | 96.6  | 263.4 | 119.5 | 129.6 | 180.4      | 124.4 |
| 208.3 | 93.1  | 101.4 | 142.3      | 97.1  | 264.6 | 120.0 | 130.2 | 181.2      | 124.9 |
| 209.4 | 93.6  | 102.0 | 143.1      | 97.7  | 265.7 | 120.6 | 130.8 | 181.9      | 125.5 |
| 210.5 | 94.2  | 102.6 | 143.9      | 98.2  | 266.8 | 121.1 | 131.3 | 182.7      | 126.1 |
| 211.7 | 94.7  | 103.1 | 144.6      | 98.8  | 268.0 | 121.7 | 131.9 | 183.5      | 126.6 |
| 212.8 | 95.2  | 103.7 | 145.4      | 99.3  | 269.1 | 122.2 | 132.5 | 184.3      | 127.2 |
| 213.9 | 95.7  | 104.3 | 146.2      | 99.9  | 270.2 | 122.7 | 133.1 | 185.1      | 127.8 |
| 215.0 | 96.3  | 104.8 | 147.0      | 100.4 | 271.3 | 123.3 | 133.7 | 185.8      | 128.3 |
| 216.2 | 96.8  | 105.4 | 147.7      | 101.0 | 272.5 | 123.8 | 134.2 | 186.6      | 128.9 |
| 217.3 | 97.3  | 106.0 | 148.5      | 101.5 | 273.6 | 124.4 | 134.8 | 187.4      | 129.5 |
| 218.4 | 97.9  | 106.6 | 149.3      | 102.1 | 274.7 | 124.9 | 135.4 | 188.2      | 130.0 |
| 219.5 | 98.4  | 107.1 | 150.1      | 102.6 | 275.8 | 125.5 | 136.0 | 189.0      | 130.6 |
| 220.7 | 98.9  | 107.7 | 150.8      | 103.2 | 277.0 | 126.0 | 136.6 | 189.7      | 131.2 |
| 221.8 | 99.5  | 108.3 | 151.6      | 103.7 | 278.1 | 126.6 | 137.2 | 190.5      | 131.7 |
| 222.9 | 100.0 | 108.8 | 152.4      | 104.3 | 279.2 | 127.1 | 137.7 | 191.3      | 132.3 |
| 224.0 | 100.5 | 109.4 | 153.2      | 104.8 | 280.3 | 127.7 | 138.3 | 192.1      | 132.9 |

表 1 (续)

单位为毫克

| 氧化亚铜  | 葡萄糖   | 果 糖   | 乳糖<br>(含水) | 转化糖   | 氧化亚铜  | 葡萄糖   | 果 糖   | 乳糖<br>(含水) | 转化糖   |
|-------|-------|-------|------------|-------|-------|-------|-------|------------|-------|
| 281.5 | 128.2 | 138.9 | 192.9      | 133.4 | 337.8 | 156.2 | 168.4 | 232.0      | 162.2 |
| 282.6 | 128.8 | 139.5 | 193.6      | 134.0 | 338.9 | 156.8 | 169.0 | 232.7      | 162.8 |
| 283.7 | 129.3 | 140.1 | 194.4      | 134.6 | 340.0 | 157.3 | 169.6 | 233.5      | 163.4 |
| 284.8 | 129.9 | 140.7 | 195.2      | 135.1 | 341.1 | 157.9 | 170.2 | 234.3      | 164.0 |
| 286.0 | 130.4 | 141.3 | 196.0      | 135.7 | 342.3 | 158.5 | 170.8 | 235.1      | 164.5 |
| 287.1 | 131.0 | 141.8 | 196.8      | 136.3 | 343.4 | 159.0 | 171.4 | 235.9      | 165.1 |
| 288.2 | 131.6 | 142.4 | 197.5      | 136.8 | 344.5 | 159.6 | 172.0 | 236.7      | 165.7 |
| 289.3 | 132.1 | 143.0 | 198.3      | 137.4 | 345.6 | 160.2 | 172.6 | 237.4      | 166.3 |
| 290.5 | 132.7 | 143.6 | 199.1      | 138.0 | 346.8 | 160.7 | 173.2 | 238.2      | 166.9 |
| 291.6 | 133.2 | 144.2 | 199.9      | 138.6 | 347.9 | 161.3 | 173.8 | 239.0      | 167.5 |
| 292.7 | 133.8 | 144.8 | 200.7      | 139.1 | 349.0 | 161.9 | 174.4 | 239.8      | 168.0 |
| 293.8 | 134.3 | 145.4 | 201.4      | 139.7 | 350.1 | 162.5 | 175.0 | 240.6      | 168.6 |
| 295.0 | 134.9 | 145.9 | 202.2      | 140.3 | 351.3 | 163.0 | 175.6 | 241.4      | 169.2 |
| 296.1 | 135.4 | 146.5 | 203.0      | 140.8 | 352.4 | 163.6 | 176.2 | 242.2      | 169.8 |
| 297.2 | 136.0 | 147.1 | 203.8      | 141.4 | 353.5 | 164.2 | 176.8 | 243.0      | 170.4 |
| 298.3 | 136.5 | 147.7 | 204.6      | 142.0 | 354.6 | 164.7 | 177.4 | 243.7      | 171.0 |
| 299.5 | 137.1 | 148.3 | 205.3      | 142.6 | 355.8 | 165.3 | 178.0 | 244.5      | 171.6 |
| 300.6 | 137.7 | 148.9 | 206.1      | 143.1 | 356.9 | 165.9 | 178.6 | 245.3      | 172.2 |
| 301.7 | 138.2 | 149.5 | 206.9      | 143.7 | 358.0 | 166.5 | 179.2 | 246.1      | 172.8 |
| 302.9 | 138.8 | 150.1 | 207.7      | 144.3 | 359.1 | 167.0 | 179.8 | 246.9      | 173.3 |
| 304.0 | 139.3 | 150.6 | 208.5      | 144.8 | 360.3 | 167.6 | 180.4 | 247.7      | 173.9 |
| 305.1 | 139.9 | 151.2 | 209.2      | 145.4 | 361.4 | 168.2 | 181.0 | 248.5      | 174.5 |
| 306.2 | 140.4 | 151.8 | 210.0      | 146.0 | 362.5 | 168.8 | 181.6 | 249.2      | 175.1 |
| 307.4 | 141.0 | 152.4 | 210.8      | 146.6 | 363.6 | 169.3 | 182.2 | 250.0      | 175.7 |
| 308.5 | 141.6 | 153.0 | 211.6      | 147.1 | 364.8 | 169.9 | 182.8 | 250.8      | 176.3 |
| 309.6 | 142.1 | 153.6 | 212.4      | 147.7 | 365.9 | 170.5 | 183.4 | 251.6      | 176.9 |
| 310.7 | 142.7 | 154.2 | 213.2      | 148.3 | 367.0 | 171.1 | 184.0 | 252.4      | 177.5 |
| 311.9 | 143.2 | 154.8 | 214.0      | 148.9 | 368.2 | 171.6 | 184.6 | 253.2      | 178.1 |
| 313.0 | 143.8 | 155.4 | 214.7      | 149.4 | 369.3 | 172.2 | 185.2 | 253.9      | 178.7 |
| 314.1 | 144.4 | 156.0 | 215.5      | 150.0 | 370.4 | 172.8 | 185.8 | 254.7      | 179.2 |
| 315.2 | 144.9 | 156.5 | 216.3      | 150.6 | 371.5 | 173.4 | 186.4 | 255.5      | 179.8 |
| 316.4 | 145.5 | 157.1 | 217.1      | 151.2 | 372.7 | 173.9 | 187.0 | 256.3      | 180.4 |
| 317.5 | 146.0 | 157.7 | 217.9      | 151.8 | 373.8 | 174.5 | 187.6 | 257.1      | 181.0 |
| 318.6 | 146.6 | 158.3 | 218.7      | 152.3 | 374.9 | 175.1 | 188.2 | 257.9      | 181.6 |
| 319.7 | 147.2 | 158.9 | 219.4      | 152.9 | 376.0 | 175.7 | 188.8 | 258.7      | 182.2 |
| 320.9 | 147.7 | 159.5 | 220.2      | 153.5 | 377.2 | 176.3 | 189.4 | 259.4      | 182.8 |
| 322.0 | 148.3 | 160.1 | 221.0      | 154.1 | 378.3 | 176.8 | 190.1 | 260.2      | 183.4 |
| 323.1 | 148.8 | 160.7 | 221.8      | 154.6 | 379.4 | 177.4 | 190.7 | 261.0      | 184.0 |
| 324.2 | 149.4 | 161.3 | 222.6      | 155.2 | 380.5 | 178.0 | 191.3 | 261.8      | 184.6 |
| 325.4 | 150.0 | 161.9 | 223.3      | 155.8 | 381.7 | 178.6 | 191.9 | 262.6      | 185.2 |
| 326.5 | 150.5 | 162.5 | 224.1      | 156.4 | 382.8 | 179.2 | 192.5 | 263.4      | 185.8 |
| 327.6 | 151.1 | 163.1 | 224.9      | 157.0 | 383.9 | 179.7 | 193.1 | 264.2      | 186.4 |
| 328.7 | 151.7 | 163.7 | 225.7      | 157.5 | 385.0 | 180.3 | 193.7 | 265.0      | 187.0 |
| 329.9 | 152.2 | 164.3 | 226.5      | 158.1 | 386.2 | 180.9 | 194.3 | 265.8      | 187.6 |
| 331.0 | 152.8 | 164.9 | 227.3      | 158.7 | 387.3 | 181.5 | 194.9 | 266.6      | 188.2 |
| 332.1 | 153.4 | 165.4 | 228.0      | 159.3 | 388.4 | 182.1 | 195.5 | 267.4      | 188.8 |
| 333.3 | 153.9 | 166.0 | 228.8      | 159.9 | 389.5 | 182.7 | 196.1 | 268.1      | 189.4 |
| 334.4 | 154.5 | 166.6 | 229.6      | 160.5 | 390.7 | 183.2 | 196.7 | 268.9      | 190.0 |
| 335.5 | 155.1 | 167.2 | 230.4      | 161.0 | 391.8 | 183.8 | 197.3 | 269.7      | 190.6 |
| 336.6 | 155.6 | 167.8 | 231.2      | 161.6 | 392.9 | 184.4 | 197.9 | 270.5      | 191.2 |

表 1 (续)

单位为毫克

| 氧化亚铜  | 葡萄糖   | 果 糖   | 乳糖<br>(含水) | 转化糖   | 氧化亚铜  | 葡萄糖   | 果 糖   | 乳糖<br>(含水) | 转化糖   |
|-------|-------|-------|------------|-------|-------|-------|-------|------------|-------|
| 394.0 | 185.0 | 198.5 | 271.3      | 191.8 | 442.5 | 210.5 | 225.1 | 305.4      | 217.9 |
| 395.2 | 185.6 | 199.2 | 272.1      | 192.4 | 443.6 | 211.1 | 225.7 | 306.2      | 218.5 |
| 396.3 | 186.2 | 199.8 | 272.9      | 193.0 | 444.7 | 211.7 | 226.3 | 307.0      | 219.1 |
| 397.4 | 186.8 | 200.4 | 273.7      | 193.6 | 445.8 | 212.3 | 226.9 | 307.8      | 219.8 |
| 398.5 | 187.3 | 201.0 | 274.4      | 194.2 | 447.0 | 212.9 | 227.6 | 308.6      | 220.4 |
| 399.7 | 187.9 | 201.6 | 275.2      | 194.8 | 448.1 | 213.5 | 228.2 | 309.4      | 221.0 |
| 400.8 | 188.5 | 202.2 | 276.0      | 195.4 | 449.2 | 214.1 | 228.8 | 310.2      | 221.6 |
| 401.9 | 189.1 | 202.8 | 276.8      | 196.0 |       |       |       |            |       |
| 403.1 | 189.7 | 203.4 | 277.6      | 196.6 | 450.3 | 214.7 | 229.4 | 311.0      | 222.2 |
| 404.2 | 190.3 | 204.0 | 278.4      | 197.2 | 451.5 | 215.3 | 230.1 | 311.8      | 222.9 |
|       |       |       |            |       | 452.6 | 215.9 | 230.7 | 312.6      | 223.5 |
| 405.3 | 190.9 | 204.7 | 279.2      | 197.8 | 453.7 | 216.5 | 231.3 | 313.4      | 224.1 |
| 406.4 | 191.5 | 205.3 | 280.0      | 198.4 | 454.8 | 217.1 | 232.0 | 314.2      | 224.7 |
| 407.6 | 192.0 | 205.9 | 280.8      | 199.0 | 456.0 | 217.8 | 232.6 | 315.0      | 225.4 |
| 408.7 | 192.6 | 206.5 | 281.6      | 199.6 | 457.1 | 218.4 | 233.2 | 315.9      | 226.0 |
| 409.8 | 193.2 | 207.1 | 282.4      | 200.2 | 458.2 | 219.0 | 233.9 | 316.7      | 226.6 |
| 410.9 | 193.8 | 207.7 | 283.2      | 200.8 | 459.3 | 219.6 | 234.5 | 317.5      | 227.2 |
| 412.1 | 194.4 | 208.3 | 284.0      | 201.4 | 460.5 | 220.2 | 235.1 | 318.3      | 227.9 |
| 413.2 | 195.0 | 209.0 | 284.8      | 202.0 |       |       |       |            |       |
| 414.3 | 195.6 | 209.6 | 285.6      | 202.6 | 461.6 | 220.8 | 235.8 | 319.1      | 228.5 |
| 415.4 | 196.2 | 210.2 | 286.3      | 203.2 | 462.7 | 221.4 | 236.4 | 319.9      | 229.1 |
|       |       |       |            |       | 463.8 | 222.0 | 237.1 | 320.7      | 229.7 |
| 416.6 | 196.8 | 210.8 | 287.1      | 203.8 | 465.0 | 222.6 | 237.7 | 321.6      | 230.4 |
| 417.7 | 197.4 | 211.4 | 287.9      | 204.4 | 466.1 | 223.3 | 238.4 | 322.4      | 231.0 |
| 418.8 | 198.0 | 212.0 | 288.7      | 205.0 | 467.2 | 223.9 | 239.0 | 323.2      | 231.7 |
| 419.9 | 198.5 | 212.6 | 289.5      | 205.7 | 468.4 | 224.5 | 239.7 | 324.0      | 232.3 |
| 421.1 | 199.1 | 213.3 | 290.3      | 206.3 | 469.5 | 225.1 | 240.3 | 324.9      | 232.9 |
| 422.2 | 199.7 | 213.9 | 291.1      | 206.9 | 470.6 | 225.7 | 241.0 | 325.7      | 233.6 |
| 423.3 | 200.3 | 214.5 | 291.9      | 207.5 | 471.7 | 226.3 | 241.6 | 326.5      | 234.2 |
| 424.4 | 200.9 | 215.1 | 292.7      | 208.1 |       |       |       |            |       |
| 425.6 | 201.5 | 215.7 | 293.5      | 208.7 | 472.9 | 227.0 | 242.2 | 327.4      | 234.8 |
| 426.7 | 202.1 | 216.3 | 294.3      | 209.3 | 474.0 | 227.6 | 242.9 | 328.2      | 235.5 |
|       |       |       |            |       | 475.1 | 228.2 | 243.6 | 329.1      | 236.1 |
| 427.8 | 202.7 | 217.0 | 295.0      | 209.9 | 476.2 | 228.8 | 244.3 | 329.9      | 236.8 |
| 428.9 | 203.3 | 217.6 | 295.8      | 210.5 | 477.4 | 229.5 | 244.9 | 330.8      | 237.5 |
| 430.1 | 203.9 | 218.2 | 296.6      | 211.1 | 478.5 | 230.1 | 245.6 | 331.7      | 238.1 |
| 431.2 | 204.5 | 218.8 | 297.4      | 211.8 | 479.6 | 230.7 | 246.3 | 332.6      | 238.8 |
| 432.3 | 205.1 | 219.5 | 298.2      | 212.4 | 480.7 | 231.4 | 247.0 | 333.5      | 239.5 |
| 433.5 | 205.1 | 220.1 | 299.0      | 213.0 | 481.9 | 232.0 | 247.8 | 334.4      | 240.2 |
| 434.6 | 206.3 | 220.7 | 299.8      | 213.6 | 483.0 | 232.7 | 248.5 | 335.3      | 240.8 |
| 435.7 | 206.9 | 221.3 | 300.6      | 214.2 |       |       |       |            |       |
| 436.8 | 207.5 | 221.9 | 301.4      | 214.8 | 484.1 | 233.3 | 249.2 | 336.3      | 241.5 |
| 438.0 | 208.1 | 222.6 | 302.2      | 215.4 | 485.2 | 234.0 | 250.0 | 337.3      | 242.3 |
|       |       |       |            |       | 486.4 | 234.7 | 250.8 | 338.3      | 243.0 |
| 439.1 | 208.7 | 232.2 | 303.0      | 216.0 | 487.5 | 235.3 | 251.6 | 339.4      | 243.8 |
| 440.2 | 209.3 | 223.8 | 303.8      | 216.7 | 488.6 | 236.1 | 252.7 | 340.7      | 244.7 |
| 441.3 | 209.9 | 224.4 | 304.6      | 217.3 | 489.7 | 236.9 | 253.7 | 342.0      | 245.8 |

## 11 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 10%。

---



**M** **MACY** 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL: 400-816-4686

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
食 品 中 还 原 糖 的 测 定  
GB/T 5009.7—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

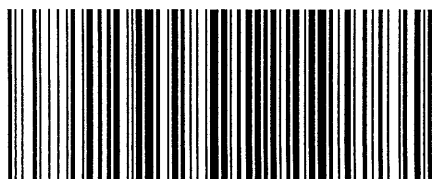
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36044 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.7-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.8—2008

代替 GB/T 5009.8—2003, GB/T 16286—1996

## 食品中蔗糖的测定

Determination of saccharose in foods

MALU 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

本标准代替 GB/T 5009.8—2003《食品中蔗糖的测定》和 GB/T 16286—1996《食品中蔗糖的测定方法 酶-比色法》。

本标准与 GB/T 5009.8—2003 相比主要修改如下：

- 增加了高效液相色谱法，作为“第一法”；
- 原有的“酸水解法”作为“第二法”；
- 删除了规范性引用文件。

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：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、北京市疾病预防控制中心、吉林省疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心、国家乳制品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：杨大进、吴国华、薛颖、常迪、赵馨、李青、马永建、姜金斗。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5009.8—1985、GB/T 5009.8—2003；
- GB/T 16286—1996。

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 食品中蔗糖的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中蔗糖含量的测定方法。

本标准适用于食品中蔗糖含量的测定。

“第一法”高效液相色谱法,当称样量为 10 g 时,检出限为 2.0 mg/100 g。

“第二法”酸水解法,当称样量为 5 g 时,直接滴定法检出限为 0.24 g/100 g。

### 第一法 高效液相色谱法

### 2 原理

试样经处理后,用高效液相色谱氨基柱(NH<sub>2</sub>柱)分离,用示差折光检测器检测。根据蔗糖的折光指数与浓度成正比,外标单点法定量。

### 3 试剂

除非另有规定,本方法中所用试剂均为分析纯。实验用水的电导率(25℃)为 0.01 mS/m。

3.1 硫酸铜(CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O)。

3.2 氢氧化钠(NaOH)。

3.3 乙腈(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>N),色谱纯。

3.4 蔗糖(C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub>)。

3.5 硫酸铜溶液(70 g/L):称取 7 g 硫酸铜,加水溶解并定容至 100 mL。

3.6 氢氧化钠溶液(40 g/L):称取 4 g 氢氧化钠,加水溶解并定容至 100 mL。

3.7 蔗糖标准溶液(10 mg/mL):准确称取蔗糖标样 1 g(精确至 0.000 1 g)置 100 mL 容量瓶内,先加少量水溶解,再加 20 mL 乙腈,最后用水定容至刻度。

### 4 仪器

高效液相色谱仪,附示差折光检测器。

### 5 分析步骤

#### 5.1 样液制备

称取 2 g~10 g 试样,精确至 0.001 g,加 30 mL 水溶解,移至 100 mL 容量瓶中,加硫酸铜溶液 10 mL,氢氧化钠溶液 4 mL,振摇,加水至刻度,静置 0.5 h,过滤。取 3 mL~7 mL 试样液置 10 mL 容量瓶中,用乙腈定容,通过 0.45 μm 滤膜过滤,滤液备用。

#### 5.2 高效液相色谱参考条件

参考条件为:

——色谱柱:氨基柱(4.6 mm×250 mm,5 μm);

——柱温:25℃;

——示差检测器检测池池温:40℃;

——流动相:乙腈-水(75+25);

——流速:1.0 mL/min;

——进样量:10  $\mu\text{L}$ 。

### 5.3 色谱图

蔗糖色谱图见图1。

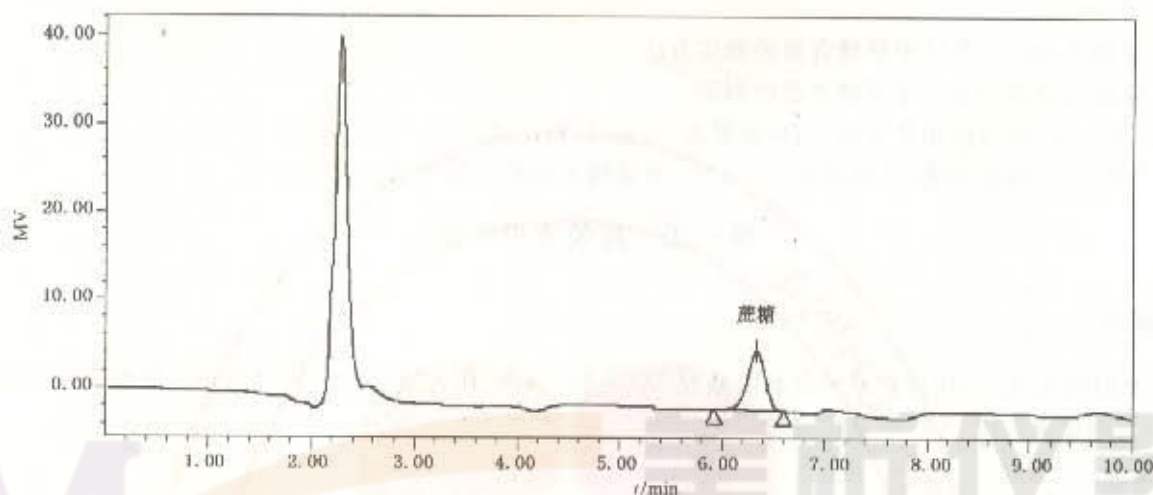


图1 蔗糖色谱图

### 6 结果计算

试样中蔗糖含量的计算见式(1):

$$X = \frac{c \times A}{A' \times (m/100) \times (V/10) \times 1\,000} \times 100 \quad (1)$$

式中:

$X$ ——试样中蔗糖含量,单位为克每百克(g/100 g);

$c$ ——蔗糖标准溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$A$ ——试样中蔗糖的峰面积;

$A'$ ——标准蔗糖溶液的峰面积;

$m$ ——试样的质量,单位为克(g);

$V$ ——过滤液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留三位有效数字。

### 7 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10%。

## 第二法 酸水解法

### 8 原理

试样经除去蛋白质后,其中蔗糖经盐酸水解转化为还原糖,再按还原糖测定。水解前后还原糖的差值为蔗糖含量。

## 9 试剂

除非另有规定,本方法中所用试剂均为分析纯。

- 9.1 氢氧化钠(NaOH)。
- 9.2 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )。
- 9.3 酒石酸钾钠( $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )。
- 9.4 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 。
- 9.5 亚铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 。
- 9.6 甲基红( $\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$ ):指示剂。
- 9.7 亚甲蓝( $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ):指示剂。
- 9.8 盐酸(HCl)。
- 9.9 冰乙酸( $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ )。
- 9.10 葡萄糖( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ )。
- 9.11 蔗糖( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ )。
- 9.12 盐酸溶液(1+1):量取 50 mL 盐酸,缓慢加入 50 mL 水中,冷却后混匀。
- 9.13 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取 20 g 氢氧化钠加水溶解后,放冷,并定容至 100 mL。
- 9.14 甲基红指示液(1 g/L):称取甲基红 0.1 g 用少量乙醇溶解后,定容至 100 mL。
- 9.15 碱性酒石酸铜甲液:称取 15 g 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )及 0.05 g 亚甲蓝,溶于水中并定容至 1 000 mL。
- 9.16 碱性酒石酸铜乙液:称取 50 g 酒石酸钾钠、75 g 氢氧化钠,溶于水中,再加入 4 g 亚铁氰化钾,完全溶解后,用水定容至 1 000 mL,贮存于橡胶塞玻璃瓶内。
- 9.17 乙酸锌溶液(219 g/L):称取 21.9 g 乙酸锌,加 3 mL 冰乙酸,加水溶解并定容至 100 mL。
- 9.18 亚铁氰化钾溶液(106 g/L):称取 10.6 g 亚铁氰化钾,加水溶解并定容至 100 mL。
- 9.19 葡萄糖标准溶液:称取 1 g,(精确至 0.000 1 g)经过 98 ℃~100 ℃干燥 2 h 的葡萄糖,加水溶解后加入 5 mL 盐酸,并以水定容至 1 000 mL。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 葡萄糖。

## 10 仪器

- 10.1 酸式滴定管:25 mL。
- 10.2 可调电炉:带石棉板。

## 11 分析步骤

### 11.1 试样处理

- 11.1.1 含蛋白质食品:称取粉碎后的固体试样 2.5 g~5 g(精确至 0.001 g),混匀后的液体试样 5 g~25 g,置 250 mL 容量瓶中,加 50 mL 水,慢慢加入 5 mL 乙酸锌溶液及 5 mL 亚铁氰化钾溶液,加水至刻度,混匀,静置 30 min,用干燥滤纸过滤,弃去初滤液,取续滤液备用。
- 11.1.2 含大量淀粉的食品:称取 10 g~20 g 粉碎后或混匀后的试样,精确至 0.001 g,置 250 mL 容量瓶中,加 200 mL 水,在 45 ℃水浴中加热 1 h,并时时振摇。冷后加水至刻度,混匀,静置、沉淀。吸取 200 mL 上清液置另一 250 mL 容量瓶中,以下按 11.1.1 自“慢慢加入 5 mL 乙酸锌溶液”起依法操作。
- 11.1.3 酒精饮料:称取约 100 g 混匀后的试样,精确至 0.01 g,置于蒸发皿中,用氢氧化钠(40 g/L)溶液中和至中性,在水浴上蒸发至原体积的 1/4 后,移入 250 mL 容量瓶中,以下按 11.1.1 自“慢慢加入 5 mL 乙酸锌溶液”起依法操作。

11.1.4 碳酸类饮料:称取约 100 g 混匀后的试样,精确至 0.01 g,试样置蒸发皿中,在水浴上微热搅拌除去二氧化碳后,移入 250 mL 容量瓶中,并用水洗涤蒸发皿,洗液并入容量瓶中,再加水至刻度,混匀后,备用。

## 11.2 酸水解

吸取 2 份 50 mL 上述试样处理液,分别置于 100 mL 容量瓶中,其中一份加 5 mL 盐酸(1+1),在 68 ℃~70 ℃ 水浴中加热 15 min,冷后加两滴甲基红指示液,用氢氧化钠溶液(200 g/L)中和至中性,加水至刻度,混匀。另一份直接加水稀释至 100 mL。

## 11.3 标定碱性酒石酸铜溶液

吸取 5.0 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 mL 碱性酒石酸铜乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,从滴定管滴加约 9 mL 葡萄糖,控制在 2 min 内加热至沸,趁热以每两秒一滴的速度继续滴加葡萄糖,直至溶液蓝色刚好褪去为终点,记录消耗葡萄糖总体积,同时平行操作三份,取其平均值,计算每 10 mL(甲液、乙液各 5 mL)碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量(mg)。

注:也可以按上述方法标定 4 mL~20 mL 碱性酒石酸铜溶液(甲乙液各半)来适应试样中还原糖的浓度变化。

## 11.4 试样溶液预测

吸取 5.0 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 mL 碱性酒石酸铜乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,控制在 2 min 内加热至沸,保持沸腾以先快后慢的速度,从滴定管中滴加试样溶液,并保持溶液沸腾状态,待溶液颜色变浅时,以每两秒一滴的速度滴定,直至溶液蓝色刚好褪去为终点,记录样液消耗体积。当样液中还原糖浓度过高时,应适当稀释后再进行正式测定,使每次滴定消耗样液的体积控制在与标定碱性酒石酸铜溶液时所消耗的还原糖标准溶液的体积相近,约在 10 mL 左右,结果按式(2)计算。

## 11.5 试样溶液测定

吸取 5.0 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 mL 碱性酒石酸铜乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠两粒,从滴定管滴加比预测体积少 1 mL 的试样溶液至锥形瓶中,使在 2 min 内加热至沸,保持沸腾继续以每两秒一滴的速度滴定,直至蓝色刚好褪去为终点,记录样液消耗体积,同法平行操作三份,得出平均消耗体积。

## 12 结果计算

试样中还原糖的含量(以葡萄糖计)按式(2)进行计算:

$$X = \frac{A}{m \times V / 250 \times 1\,000} \times 100 \quad \text{..... (2)}$$

式中:

X——试样中还原糖的含量(以葡萄糖计),单位为克每百克(g/100 g);

A——碱性酒石酸铜溶液(甲液、乙液各半)相当于葡萄糖的质量,单位为毫克(mg);

m——试样质量,单位为克(g);

V——测定时平均消耗试样溶液体积,单位为毫升(mL)。

以葡萄糖为标准滴定溶液时,按式(3)计算试样中蔗糖含量:

$$X = (R_2 - R_1) \times 0.95 \quad \text{..... (3)}$$

式中:

X——试样中蔗糖含量,单位为克每百克(g/100 g);

R<sub>2</sub>——水解处理后还原糖含量,单位为克每百克(g/100 g);

R<sub>1</sub>——不经水解处理还原糖含量,单位为克每百克(g/100 g);

0.95——还原糖(以葡萄糖计)换算为蔗糖的系数。

蔗糖含量大于或等于 10 g/100 g 时计算结果保留三位有效数字；蔗糖含量小于 10 g/100 g 时，计算结果保留两位有效数字。

### 13 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 10%。

---

 **美析仪器**  
MACY INSTRUMENT  
**专业光度计系列生产厂家**  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

**M** **MACY** **美析仪器**  
MACY INSTRUMENT  
**专业光度计系列生产厂家**

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

**食品中蔗糖的测定**

GB/T 5009.8—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523945 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36067 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.8—2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.9—2008

代替 GB/T 5009.9—2003, GB/T 16287—1996

## 食品中淀粉的测定

Determination of starch in foods

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

本标准代替 GB/T 5009.9—2003《食品中淀粉的测定》和 GB/T 16287—1996《食品中淀粉的测定方法 酶-比色法》。

本标准与 GB/T 5009.9—2003 相比主要修改如下：

——对第二法中试样处理的方式重新进行了分类。

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：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、北京市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：杨大进、吴国华、薛颖、常迪、赵馨。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5009.9—1985、GB/T 5009.9—2003；

——GB/T 16287—1996。

 **美析仪器**  
MACY INSTRUMENT  
**专业光度计系列生产厂家**  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 食品中淀粉的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中淀粉的测定方法。

本标准适用于食品中淀粉的测定。

### 第一法 酶水解法

### 2 原理

试样经去除脂肪及可溶性糖类后,淀粉用淀粉酶水解成小分子糖,再用盐酸水解成单糖,最后按还原糖测定,并折算成淀粉含量。

### 3 试剂

除非另有规定,本方法中所用试剂均为分析纯。

- 3.1 碘( $I_2$ )。
- 3.2 碘化钾(KI)。
- 3.3 高峰氏淀粉酶:酶活力大于或等于 1.6 U/mg。
- 3.4 无水乙醇( $C_2H_5OH$ )。
- 3.5 石油醚( $C_nH_{2n+2}$ ):沸点范围为 60℃~90℃。
- 3.6 乙醚( $C_2H_5NO_3$ )。
- 3.7 甲苯( $C_7H_8$ )。
- 3.8 三氯甲烷( $CHCl_3$ )。
- 3.9 盐酸(HCl)。
- 3.10 氢氧化钠(NaOH)。
- 3.11 硫酸铜( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )。
- 3.12 亚甲蓝( $C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$ ):指示剂。
- 3.13 酒石酸钾钠( $C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$ )。
- 3.14 亚铁氰化钾 $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ 。
- 3.15 甲基红( $C_{15}H_{15}N_3O_2$ ):指示剂。
- 3.16 葡萄糖( $C_6H_{12}O_6$ )。
- 3.17 甲基红指示液(2 g/L):称取甲基红 0.20 g,用少量乙醇溶解后,并定容至 100 mL。
- 3.18 盐酸溶液(1+1):量取 50 mL 盐酸,与 50 mL 水混合。
- 3.19 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取 20 g 氢氧化钠,加水溶解并定容至 100 mL。
- 3.20 碱性酒石酸铜甲液:称取 15 g 硫酸铜( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )及 0.050 g 亚甲蓝,溶于水中并定容至 1 000 mL。
- 3.21 碱性酒石酸铜乙液:称取 50 g 酒石酸钾钠、75 g 氢氧化钠,溶于水中,再加入 4 g 亚铁氰化钾,完全溶解后,用水定容至 1 000 mL,贮存于橡胶塞玻璃瓶内。
- 3.22 葡萄糖标准溶液:称取 1 g(精确至 0.000 1 g)经过 98℃~100℃干燥 2 h 的葡萄糖,加水溶解后加入 5 mL 盐酸,并以水定容至 1 000 mL。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 葡萄糖。
- 3.23 淀粉酶溶液(5 g/L):称取淀粉酶(3.3)0.5 g,加 100 mL 水溶解,临用现配;也可加入数滴甲苯或

三氯甲烷防止长霉,贮于4℃冰箱中。

3.24 碘溶液:称取3.6 g碘化钾溶于20 mL水中,加入1.3 g碘,溶解后加水定容至100 mL。

3.25 85%乙醇:取85 mL无水乙醇,加水定容至100 mL混匀。

#### 4 仪器

水浴锅。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试样处理

5.1.1 易于粉碎的试样:磨碎过40目筛,称取2 g~5 g(精确至0.001 g)。置于放有折叠滤纸的漏斗内,先用50 mL石油醚或乙醚分五次洗除脂肪,再用约150 mL乙醇(85%)洗去可溶性糖类,滤干乙醇,将残留物移入250 mL烧杯内,并用50 mL水洗滤纸,洗液并入烧杯内,将烧杯置沸水浴上加热15 min,使淀粉糊化,放冷至60℃以下,加20 mL淀粉酶溶液,在55℃~60℃保温1 h,并时时搅拌。然后取一滴此液加一滴碘溶液,应不显现蓝色,若显蓝色,再加热糊化并加20 mL淀粉酶溶液,继续保温,直至加碘不显蓝色为止。加热至沸,冷后移入250 mL容量瓶中,并加水至刻度,混匀,过滤,弃去初滤液。取50 mL滤液,置于250 mL锥形瓶中,加5 mL盐酸(1+1),装上回流冷凝器,在沸水浴中回流1 h,冷后加两滴甲基红指示液,用氢氧化钠溶液(200 g/L)中和至中性,溶液转入100 mL容量瓶中,洗涤锥形瓶,洗液并入100 mL容量瓶中,加水至刻度,混匀备用。

5.1.2 其他样品:加适量水在组织捣碎机中捣成匀浆(蔬菜、水果需先洗净、晾干,取可食部分),称取相当于原样质量2.5 g~5 g(精确至0.001 g)的匀浆,以下按5.1.1自“置于放有折叠滤纸的漏斗内”起依法操作。

##### 5.2 测定

###### 5.2.1 标定碱性酒石酸铜溶液

吸取5.0 mL碱性酒石酸铜甲液及5.0 mL碱性酒石酸铜乙液,置于150 mL锥形瓶中,加水10 mL,加入玻璃珠两粒,从滴定管滴加约9 mL葡萄糖,控制在2 min内加热至沸,趁沸以每两秒一滴的速度继续滴加葡萄糖,直至溶液蓝色刚好褪去为终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的总体积,同时做三份平行,取其平均值,计算每10 mL(甲液、乙液各5 mL)碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量(mg)。

注:也可以按上述方法标定1 mL~20 mL碱性酒石酸铜溶液(甲乙液各半)来适应试样中还原糖的浓度变化。

###### 5.2.2 试样溶液预测

吸取5.0 mL碱性酒石酸铜甲液及5.0 mL碱性酒石酸铜乙液,置于150 mL锥形瓶中,加水10 mL,加入玻璃珠两粒,控制在2 min内加热至沸,保持沸腾以先快后慢的速度,从滴定管中滴加试样溶液,并保持溶液沸腾状态,待溶液颜色变浅时,以每两秒一滴的速度滴定,直至溶液蓝色刚好褪去为终点,记录样液消耗体积。当样液中还原糖浓度过高时,应适当稀释后再进行正式测定,使每次滴定消耗样液的体积控制在与标定碱性酒石酸铜溶液时所消耗的还原糖标准溶液的体积相近,约在10 mL左右,结果按式(1)计算。

###### 5.2.3 试样溶液测定

吸取5.0 mL碱性酒石酸铜甲液及5.0 mL碱性酒石酸铜乙液,置于150 mL锥形瓶中,加水10 mL,加入玻璃珠2粒,从滴定管滴加比预测体积少1 mL的试样溶液至锥形瓶中,使在2 min内加热至沸,保持沸腾继续以每两秒一滴的速度滴定,直至蓝色刚好褪去为终点,记录样液消耗体积,同法平行操作三份,得出平均消耗体积。

同时量取50 mL水及与试样处理时相同量的淀粉酶溶液,按同一方法做试剂空白试验。

## 6 结果计算

试样中还原糖的含量(以葡萄糖计)按式(1)进行计算:

$$X = \frac{A}{m \times V/250 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——试样中还原糖的含量(以葡萄糖计),单位为克每百克(g/100g);

$A$ ——碱性酒石酸铜溶液(甲液、乙液各半)相当于葡萄糖的质量,单位为毫克(mg);

$m$ ——试样质量,单位为克(g);

$V$ ——测定时平均消耗试样溶液体积,单位为毫升(mL)。

试样中淀粉的含量按式(2)进行计算:

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times 0.9}{m \times 50/250 \times V/100 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X$ ——试样中淀粉的含量,单位为克每百克(g/100g);

$A_1$ ——测定用试样中葡萄糖的质量,单位为毫克(mg);

$A_2$ ——空白中葡萄糖的质量,单位为毫克(mg);

0.9——以葡萄糖计换算成淀粉的换算系数;

$m$ ——称取试样质量,单位为克(g);

$V$ ——测定用试样处理液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后一位。

## 7 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10%。

## 第二法 酸水解法

## 8 原理

试样经除去脂肪及可溶性糖类后,其中淀粉用酸水解成具有还原性的单糖,然后按还原糖测定,并折算成淀粉。

## 9 试剂

除非另有规定,本方法中所用试剂均为分析纯。

9.1 氢氧化钠(NaOH)。

9.2 乙酸铅( $\text{PbC}_4\text{H}_5\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。

9.3 硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )。

9.4 石油醚( $\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$ ):沸点范围为60℃~90℃。

9.5 乙醚( $\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_3$ )。

9.6 甲基红指示液(2 g/L):称取甲基红0.20 g,用少量乙醇溶解后,并定容至100 mL。

9.7 氢氧化钠溶液(400 g/L):称取40 g氢氧化钠加水溶解后,放冷,并稀释至100 mL。

9.8 乙酸铅溶液(200 g/L):称取20 g乙酸铅,加水溶解并稀释至100 mL。

9.9 硫酸钠溶液(100 g/L):称取10 g硫酸钠,加水溶解并稀释至100 mL。

9.10 盐酸溶液(1+1):量取50 mL盐酸,与50 mL水混合。

9.11 85%乙醇:取 85 mL 无水乙醇,加水定容至 100 mL 混匀。

9.12 精密 pH 试纸:6.8~7.2。

## 10 仪器

10.1 水浴锅。

10.2 高速组织捣碎机。

10.3 回流装置,并附 250 mL 锥形瓶。

## 11 分析步骤

### 11.1 试样处理

11.1.1 易于粉碎的试样:将试样磨碎过 40 目筛,称取 2 g~5 g(精确至 0.001 g),置于放有慢速滤纸的漏斗中,用 50 mL 石油醚或乙醚分五次洗去试样中脂肪,弃去石油醚或乙醚。用 150 mL 乙醇(85%)分数次洗涤残渣,除去可溶性糖类物质。滤干乙醇溶液,以 100 mL 水洗涤漏斗中残渣并转移至 250 mL 锥形瓶中,加入 30 mL 盐酸(1+1),接好冷凝管,置沸水浴中回流 2h。回流完毕后,立即冷却。待试样水解液冷却后,加入 2 滴甲基红指示液,先以氢氧化钠溶液(400 g/L)调至黄色,再以盐酸(1+1)校正至水解液刚变红色。若水解液颜色较深,可用精密 pH 试纸测试,使试样水解液的 pH 约为 7。然后加 20 mL 乙酸铅溶液(200 g/L),摇匀,放置 10 min。再加 20 mL 硫酸钠溶液(100 g/L),以除去过多的铅。摇匀后将全部溶液及残渣转入 500 mL 容量瓶中,用水洗涤锥形瓶,洗液合并于容量瓶中,加水稀释至刻度。过滤,弃去初滤液 20 mL,滤液供测定用。

11.1.2 其他样品:加适量水在组织捣碎机中捣成匀浆(蔬菜、水果需先洗净、晾干、取可食部分)。称取相当于原样质量 2.5 g~5 g 的匀浆(精确至 0.001 g),于 250 mL 锥形瓶中,用 50 mL 石油醚或乙醚分五次洗去试样中脂肪,弃去石油醚或乙醚。以下按 11.1.1 自“用 150 mL 乙醇(85%)”起依法操作。

### 11.2 测定

按 5.2 操作。

## 12 结果计算

试样中淀粉的含量按式(3)进行计算:

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times 0.9}{m \times V / 500 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$X$ ——试样中淀粉含量,单位为克每百克(g/100 g);

$A_1$ ——测定用试样中水解液还原糖质量,单位为毫克(mg);

$A_2$ ——试剂空白中还原糖的质量,单位为毫克(mg);

0.9——还原糖(以葡萄糖计)折算成淀粉的换算系数;

$m$ ——试样质量,单位为克(g);

$V$ ——测定用试样水解液体积,单位为毫升(mL);

500——试样液总体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后一位。

13 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 10%。

---

 **美析仪器**  
MACY INSTRUMENT  
**专业光度计系列生产厂家**  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

**M** **MACY** **美析仪器**  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-018-4686

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

食品中淀粉的测定

GB/T 5009.9—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字

2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36068 定价 14.00 元



GB/T 5009.9-2008

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.19—2008  
代替 GB/T 5009.19—2003

## 食品中有机氯农药 多组分残留量的测定

Determination of organochlorine pesticide multiresidues in foods

MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

## 目 次

|                                    |     |
|------------------------------------|-----|
| 前言 .....                           | III |
| 1 范围 .....                         | 1   |
| 第一法 毛细管柱气相色谱-电子捕获检测器法              |     |
| 2 原理 .....                         | 1   |
| 3 试剂 .....                         | 1   |
| 4 仪器 .....                         | 2   |
| 5 分析步骤 .....                       | 2   |
| 5.1 试样制备 .....                     | 2   |
| 5.2 提取与分配 .....                    | 2   |
| 5.3 净化 .....                       | 2   |
| 5.4 测定 .....                       | 3   |
| 6 结果计算 .....                       | 3   |
| 7 精密度 .....                        | 3   |
| 第二法 填充柱气相色谱-电子捕获检测器法               |     |
| 8 原理 .....                         | 3   |
| 9 试剂 .....                         | 4   |
| 10 仪器 .....                        | 4   |
| 11 分析步骤 .....                      | 4   |
| 11.1 试样制备 .....                    | 4   |
| 11.2 提取 .....                      | 4   |
| 11.3 气相色谱测定 .....                  | 4   |
| 11.4 色谱图 .....                     | 5   |
| 12 结果计算 .....                      | 5   |
| 13 精密度 .....                       | 5   |
| 附录 A (资料性附录) 不同基质试样的检出限 .....      | 6   |
| 附录 B (资料性附录) 有机氯农药混合标准溶液的色谱图 ..... | 7   |
| 附录 C (资料性附录) 方法的不确定度 .....         | 8   |

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.19—2003《食品中六六六、滴滴涕残留量的测定》。

本标准与 GB/T 5009.19—2003 相比主要修改如下：

- 标准名称修改为《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》。
- 增加了毛细管柱的气相色谱-电子捕获检测器法，作为第一法。该法与 GB/T 5009.19—2003 第一法的检测组分相比，增加了六氯苯，灭蚁灵，七氯及其代谢物环氧七氯，艾氏剂，狄氏剂，异狄氏剂及其裂解产物异狄氏剂醛和光解产物异狄氏剂酮，氯丹异构体顺氯丹、反氯丹及其代谢产物氧氯丹，硫丹异构体  $\alpha$ -硫丹、 $\beta$ -硫丹和硫丹硫酸盐，五氯硝基苯及其代谢产物五氯苯基硫酸酯和五氯苯胺。本方法除了提供采用凝胶渗透色谱法进行样品提取液的净化方法外，也提供了全自动凝胶渗透色谱系统净化方法，供选择使用。
- 原 GB/T 5009.19—2003 的第一法作为本标准的第二法，即填充柱气相色谱-电子捕获检测器法，检测的组分为六六六和滴滴涕的残留量。
- 删除原 GB/T 5009.19—2003 的第二法。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准负责起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准参加起草单位：北京市疾病预防控制中心、东南大学、浙江省疾病预防控制中心、沈阳市疾病预防控制中心、首都医科大学。

本标准主要起草人：第一法，吴永宁、赵云峰、陈惠京、栾燕、邵兵、王灿楠、任一平、封锦芳；第二法，王绪卿、陈惠京、林媛真。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 5009.19—1981、GB 5009.19—1985、GB/T 5009.19—1996、GB/T 5009.19—2003。

## 食品中有机氯农药 多组分残留量的测定

### 1 范围

本标准第一法规定了食品中六六六(HCH)、滴滴涕(DDD)、六氯苯、灭蚁灵、七氯、氯丹、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、硫丹、五氯硝基苯的测定方法。第二法规定了食品中六六六、滴滴涕(DDT)残留量的测定方法。

本标准第一法适用于肉类、蛋类、乳类动物性食品和植物(含油脂)中 $\alpha$ -HCH、六氯苯、 $\beta$ -HCH、 $\gamma$ -HCH、五氯硝基苯、 $\delta$ -HCH、五氯苯胺、七氯、五氯苯基硫醚、艾氏剂、氧氯丹、环氧七氯、反式氯丹、 $\alpha$ -硫丹、顺式氯丹、 $p, p'$ -滴滴伊(DDE)、狄氏剂、异狄氏剂、 $\beta$ -硫丹、 $p, p'$ -DDD、 $o, p'$ -DDT、异狄氏剂醛、硫丹硫酸盐、 $p, p'$ -DDT、异狄氏剂酮、灭蚁灵的分析。第二法适用于各类食品中HCH、DDT残留量的测定。

第一法测定的检出限随试样基质而不同,参见附录A。第二法的检出限:取样量2 g,最终体积为5 mL,进样体积为10  $\mu$ L时, $\alpha$ -HCH、 $\beta$ -HCH、 $\gamma$ -HCH、 $\delta$ -HCH依次为0.038  $\mu$ g/kg、0.16  $\mu$ g/kg、0.047  $\mu$ g/kg、0.070  $\mu$ g/kg; $p, p'$ -DDE、 $o, p'$ -DDT、 $p, p'$ -DDD、 $p, p'$ -DDT依次为0.23  $\mu$ g/kg、0.50  $\mu$ g/kg、1.8  $\mu$ g/kg、2.1  $\mu$ g/kg。

### 第一法 毛细管柱气相色谱-电子捕获检测器法

### 2 原理

试样中有机氯农药组分经有机溶剂提取、凝胶色谱层析净化,用毛细管柱气相色谱分离,电子捕获检测器检测,以保留时间定性,外标法定量。

### 3 试剂

- 3.1 丙酮( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ):分析纯,重蒸。
- 3.2 石油醚:沸程30  $^{\circ}\text{C}$ ~60  $^{\circ}\text{C}$ ,分析纯,重蒸。
- 3.3 乙酸乙酯( $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ ):分析纯,重蒸。
- 3.4 环己烷( $\text{C}_6\text{H}_{12}$ ):分析纯,重蒸。
- 3.5 正己烷( $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ ):分析纯,重蒸。
- 3.6 氯化钠( $\text{NaCl}$ ):分析纯。
- 3.7 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ):分析纯,将无水硫酸钠置干燥箱中,于120  $^{\circ}\text{C}$ 干燥4 h,冷却后,密闭保存。
- 3.8 聚苯乙烯凝胶(Bio-Beads S-X3):200目~400目,或同类产品。
- 3.9 农药标准品: $\alpha$ -六六六( $\alpha$ -HCH)、六氯苯(HCB)、 $\beta$ -六六六( $\beta$ -HCH)、 $\gamma$ -六六六( $\gamma$ -HCH)、五氯硝基苯(PCNB)、 $\delta$ -六六六( $\delta$ -HCH)、五氯苯胺(PCA)、七氯(Heptachlor)、五氯苯基硫醚(PCPs)、艾氏剂(Aldrin)、氧氯丹(Oxychlordane)、环氧七氯(Heptachlor epoxide)、反氯丹(*trans*-chlordane)、 $\alpha$ -硫丹( $\alpha$ -endosulfan)、顺氯丹(*cis*-chlordane)、 $p, p'$ -滴滴伊( $p, p'$ -DDE)、狄氏剂(Dieldrin)、异狄氏剂(Endrin)、 $\beta$ -硫丹( $\beta$ -endosulfan)、 $p, p'$ -滴滴涕( $p, p'$ -DDD)、 $o, p'$ -滴滴涕( $o, p'$ -DDT)、异狄氏剂醛(Endrin aldehyde)、硫丹硫酸盐(Endosulfan sulfate)、 $p, p'$ -滴滴涕( $p, p'$ -DDT)、异狄氏剂酮(Endrin ketone)、灭蚁灵(Mirex),纯度均应不低于98%。

3.10 标准溶液的配制:分别准确称取或量取上述农药标准品适量,用少量苯溶解,再用正己烷稀释成一定浓度的标准储备溶液。量取适量标准储备溶液,用正己烷稀释为系列混合标准溶液。

#### 4 仪器

- 4.1 气相色谱仪(GC):配有电子捕获检测器(ECD)。
- 4.2 凝胶净化柱:长 30 cm,内径 2.3 cm~2.5 cm 具活塞玻璃层析柱,柱底垫少许玻璃棉。用洗脱剂乙酸乙酯-环己烷(1+1)浸泡的凝胶,以湿法装入柱中,柱床高约 26 cm,凝胶始终保持在洗脱剂中。
- 4.3 全自动凝胶色谱系统:带有固定波长(254 nm)紫外检测器,供选择使用。
- 4.4 旋转蒸发仪。
- 4.5 组织匀浆器。
- 4.6 振荡器。
- 4.7 氮气浓缩器。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试样制备

蛋品去壳,制成匀浆;肉品去筋后,切成小块,制成肉糜;乳品混匀待用。

##### 5.2 提取与分配

5.2.1 蛋类:称取试样 20 g(精确到 0.01 g)于 200 mL 具塞三角瓶中,加水 5 mL(视试样水分含量加水,使总水量约为 20 g。通常鲜蛋水分含量约 75%,加水 5 mL 即可),再加入 40 mL 丙酮,振摇 30 min 后,加入氯化钠 6 g,充分摇匀,再加入 30 mL 石油醚,振摇 30 min。静置分层后,将有机相全部转移至 100 mL 具塞三角瓶中经无水硫酸钠干燥,并量取 35 mL 于旋转蒸发瓶中,浓缩至约 1 mL,加入 2 mL 乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液再浓缩,如此重复 3 次,浓缩至约 1 mL,供凝胶色谱层析净化使用,或将浓缩液转移至全自动凝胶渗透色谱系统配套的进样试管中,用乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液洗涤旋转蒸发瓶数次,将洗涤液合并至试管中,定容至 10 mL。

5.2.2 肉类:称取试样 20 g(精确到 0.01 g),加水 15 mL(视试样水分含量加水,使总水量约 20 g)。加 40 mL 丙酮,振摇 30 min,以下按照 5.2.1 蛋类试样的提取、分配步骤处理。

5.2.3 乳类:称取试样 20 g(精确到 0.01 g),鲜乳不需加水,直接加丙酮提取。以下按照 5.2.1 蛋类试样的提取、分配步骤处理。

5.2.4 大豆油:称取试样 1 g(精确到 0.01 g),直接加入 30 mL 石油醚,振摇 30 min 后,将有机相全部转移至旋转蒸发瓶中,浓缩至约 1 mL,加 2 mL 乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液再浓缩,如此重复 3 次,浓缩至约 1 mL,供凝胶色谱层析净化使用,或将浓缩液转移至全自动凝胶渗透色谱系统配套的进样试管中,用乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液洗涤旋转蒸发瓶数次,将洗涤液合并至试管中,定容至 10 mL。

5.2.5 植物类:称取试样匀浆 20 g,加水 5 mL(视其水分含量加水,使总水量约 20 mL),加丙酮 40 mL,振荡 30 min,加氯化钠 6 g,摇匀。加石油醚 30 mL,再振荡 30 min,以下按照 5.2.1 蛋类试样的提取、分配步骤处理。

##### 5.3 净化

选择手动或全自动净化方法的任何一种进行。

5.3.1 手动凝胶色谱柱净化:将试样浓缩液经凝胶柱以乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液洗脱,弃去 0 mL~35 mL 流分,收集 35 mL~70 mL 流分。将其旋转蒸发浓缩至约 1 mL,再经凝胶柱净化收集 35 mL~70 mL 流分,蒸发浓缩,用氮气吹除溶剂,用正己烷定容至 1 mL,留待 GC 分析。

5.3.2 全自动凝胶渗透色谱系统净化:试样由 5 mL 试样环注入凝胶渗透色谱(GPC)柱,泵流速 5.0 mL/min,以乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液洗脱,弃去 0 min~7.5 min 流分,收集 7.5 min~15 min 流分,15 min~20 min 冲洗 GPC 柱。将收集的流分旋转蒸发浓缩至约 1 mL,用氮气吹至近干,用正己

烷定容至 1 mL, 留待 GC 分析。

#### 5.4 测定

##### 5.4.1 气相色谱参考条件

5.4.1.1 色谱柱: DM-5 石英弹性毛细管柱, 长 30 m、内径 0.32 mm、膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ; 或等效柱。

5.4.1.2 柱温: 程序升温

90  $^{\circ}\text{C}$  (1 min)  $\xrightarrow{40\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  170  $^{\circ}\text{C}$   $\xrightarrow{2.3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  230  $^{\circ}\text{C}$  (17 min)  $\xrightarrow{40\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  280  $^{\circ}\text{C}$  (5 min)

5.4.1.3 进样口温度: 280  $^{\circ}\text{C}$ 。不分流进样, 进样量 1  $\mu\text{L}$ 。

5.4.1.4 检测器: 电子捕获检测器 (ECD), 温度 300  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.1.5 载气流速: 氮气 ( $\text{N}_2$ ), 流速 1 mL/min; 尾吹, 25 mL/min。

5.4.1.6 柱前压: 0.5 MPa。

##### 5.4.2 色谱分析

分别吸取 1  $\mu\text{L}$  混合标准液及试样净化液注入气相色谱仪中, 记录色谱图, 以保留时间定性, 以试样和标准的峰高或峰面积比较定量。

##### 5.4.3 色谱图

色谱图参见附录 B。出峰顺序为:  $\alpha$ -六六六、六氯苯、 $\beta$ -六六六、 $\gamma$ -六六六、五氯硝基苯、 $\delta$ -六六六、五氯苯胺、七氯、五氯苯基硫酸酯、艾氏剂、氧氯丹、环氧七氯、反氯丹、 $\alpha$ -硫丹、顺氯丹、 $p, p'$ -滴滴伊、狄氏剂、异狄氏剂、 $\beta$ -硫丹、 $p, p'$ -滴滴涕、 $o, p'$ -滴滴涕、异狄氏剂醛、硫丹硫酸盐、 $p, p'$ -滴滴涕、异狄氏剂酮、灭蚊灵。

#### 6 结果计算

试样中各农药的含量按式(1)进行计算:

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times f \times 1\,000}{m \times V_2 \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——试样中各农药的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

$m_1$ ——被测样液中各农药的含量, 单位为纳克 (ng);

$V_1$ ——样液进样体积, 单位为微升 ( $\mu\text{L}$ );

$f$ ——稀释因子;

$m$ ——试样质量, 单位为克 (g);

$V_2$ ——样液最后定容体积, 单位为毫升 (mL)。

计算结果保留两位有效数字。

#### 7 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 20%, 方法测定不确定度参见附录 C。

### 第二法 填充柱气相色谱-电子捕获检测器法

#### 8 原理

试样中六六六、滴滴涕经提取、净化后用气相色谱法测定, 与标准比较定量。电子捕获检测器对于负电极强的化合物具有极高的灵敏度, 利用这一特点, 可分别测出痕量的六六六、滴滴涕。不同异构体和代谢物可同时分别测定。

出峰顺序:  $\alpha$ -HCH、 $\gamma$ -HCH、 $\beta$ -HCH、 $\delta$ -HCH、 $p, p'$ -DDE、 $o, p'$ -DDT、 $p, p'$ -DDD、 $p, p'$ -DDT。

## 9 试剂

- 9.1 丙酮( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ):分析纯,重蒸。
- 9.2 正己烷( $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ ):分析纯,重蒸。
- 9.3 石油醚:沸程  $30\text{ }^\circ\text{C}\sim 60\text{ }^\circ\text{C}$ ,分析纯,重蒸。
- 9.4 苯( $\text{C}_6\text{H}_6$ ):分析纯。
- 9.5 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ):优级纯。
- 9.6 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ):分析纯。
- 9.7 硫酸钠溶液( $20\text{ g/L}$ )。
- 9.8 农药标准品:六六六( $\alpha\text{-HCH}$ 、 $\beta\text{-HCH}$ 、 $\gamma\text{-HCH}$  和  $\delta\text{-HCH}$ )纯度  $>99\%$ ,滴滴涕( $p, p'\text{-DDE}$ 、 $o, p'\text{-DDT}$ 、 $p, p'\text{-DDD}$  和  $p, p'\text{-DDT}$ )纯度  $>99\%$ 。
- 9.9 农药标准储备液:精密称取  $\alpha\text{-HCH}$ 、 $\gamma\text{-HCH}$ 、 $\beta\text{-HCH}$ 、 $\delta\text{-HCH}$ 、 $p, p'\text{-DDE}$ 、 $o, p'\text{-DDT}$ 、 $p, p'\text{-DDD}$  和  $p, p'\text{-DDT}$  各  $10\text{ mg}$ ,溶于苯中,分别移于  $100\text{ mL}$  容量瓶中,以苯稀释至刻度,混匀,浓度为  $100\text{ mg/L}$ ,贮存于冰箱中。
- 9.10 农药混合标准工作液:分别量取上述各标准储备液于同一容量瓶中,以正己烷稀释至刻度。 $\alpha\text{-HCH}$ 、 $\gamma\text{-HCH}$  和  $\delta\text{-HCH}$  的浓度为  $0.005\text{ mg/L}$ , $\beta\text{-HCH}$  和  $p, p'\text{-DDE}$  浓度为  $0.01\text{ mg/L}$ , $o, p'\text{-DDT}$  浓度为  $0.05\text{ mg/L}$ , $p, p'\text{-DDD}$  浓度为  $0.02\text{ mg/L}$ , $p, p'\text{-DDT}$  浓度为  $0.1\text{ mg/L}$ 。

## 10 仪器

- 10.1 气相色谱仪:具电子捕获检测器。
- 10.2 旋转蒸发器。
- 10.3 氮气浓缩器。
- 10.4 匀浆机。
- 10.5 调速多用振荡器。
- 10.6 离心机。
- 10.7 植物样本粉碎机。

## 11 分析步骤

### 11.1 试样制备

谷类制成粉末,其制品制成匀浆;蔬菜、水果及其制品制成匀浆;蛋品去壳制成匀浆;肉品去皮、筋后,切成小块,制成肉糜;鲜乳混匀待用;食用油混匀待用。

### 11.2 提取

11.2.1 称取具有代表性的各类食品样品匀浆  $20\text{ g}$ ,加水  $5\text{ mL}$ (视样品水分含量加水,使总水量约  $20\text{ mL}$ ),加丙酮  $40\text{ mL}$ ,振荡  $30\text{ min}$ ,加氯化钠  $6\text{ g}$ ,摇匀。加石油醚  $30\text{ mL}$ ,再振荡  $30\text{ min}$ ,静置分层。取上清液  $35\text{ mL}$  经无水硫酸钠脱水,于旋转蒸发器中浓缩至近干,以石油醚定容至  $5\text{ mL}$ ,加浓硫酸  $0.5\text{ mL}$  净化,振摇  $0.5\text{ min}$ ,于  $3000\text{ r/min}$  离心  $15\text{ min}$ 。取上清液进行 GC 分析。

11.2.2 称取具有代表性的  $2\text{ g}$  粉末样品,加石油醚  $20\text{ mL}$ ,振荡  $30\text{ min}$ ,过滤,浓缩,定容至  $5\text{ mL}$ ,加  $0.5\text{ mL}$  浓硫酸净化,振摇  $0.5\text{ min}$ ,于  $3000\text{ r/min}$  离心  $15\text{ min}$ 。取上清液进行 GC 分析。

11.2.3 称取具有代表性的食用油试样  $0.5\text{ g}$ ,以石油醚溶解于  $10\text{ mL}$  刻度试管中,定容至刻度。加  $1.0\text{ mL}$  浓硫酸净化,振摇  $0.5\text{ min}$ ,于  $3000\text{ r/min}$  离心  $15\text{ min}$ 。取上清液进行 GC 分析。

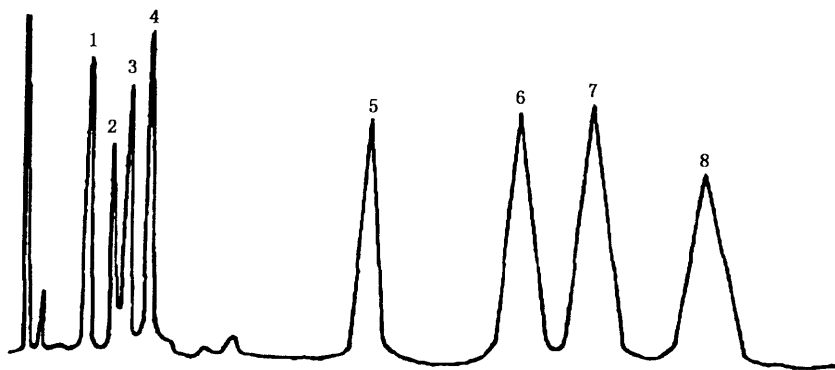
### 11.3 气相色谱测定

填充柱气相色谱条件:色谱柱:内径  $3\text{ mm}$ ,长  $2\text{ m}$  的玻璃柱,内装涂以  $1.5\%$  OV-17 和  $2\%$  QF-1 混合固定液的  $80\text{ 目}\sim 100\text{ 目}$  硅藻土;载气:高纯氮,流速  $110\text{ mL/min}$ ;柱温:  $185\text{ }^\circ\text{C}$ ;检测器温度:

225 ℃；进样口温度：195 ℃。进样量为 1 μL~10 μL。外标法定量。

#### 11.4 色谱图

8 种农药的色谱图见图 1。



出峰顺序：1、2、3、4 为 α-HCH、β-HCH、γ-HCH、δ-HCH；5、6、7、8 为 *p,p'*-DDE、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDD、*p,p'*-DDT。

图 1 8 种农药的色谱图

#### 12 结果计算

试样中六六六、滴滴涕及其异构体或代谢物的单一含量按式(2)进行计算：

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times \frac{m_1}{m_2} \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

*X*——试样中六六六、滴滴涕及其异构体或代谢物的单一含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

*A*<sub>1</sub>——被测定试样各组分的峰值(峰高或面积)；

*A*<sub>2</sub>——各农药组分标准的峰值(峰高或面积)；

*m*<sub>1</sub>——单一农药标准溶液的含量，单位为纳克(ng)；

*m*<sub>2</sub>——被测定试样的取样量，单位为克(g)；

*V*<sub>1</sub>——被测定试样的稀释体积，单位为毫升(mL)；

*V*<sub>2</sub>——被测定试样的进样体积，单位为微升(μL)。

#### 13 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%。

附 录 A  
(资料性附录)  
不同基质试样的检出限

不同基质试样的检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )见表 A. 1。

表 A. 1 不同基质试样的检出限

单位为微克每千克

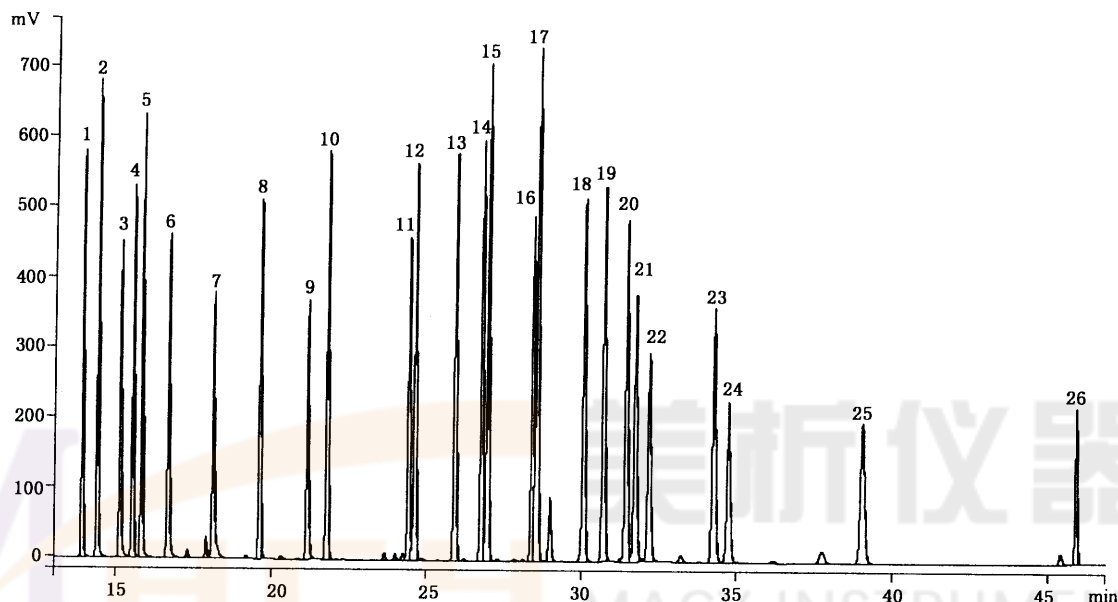
| 农药            | 猪肉    | 牛肉    | 羊肉    | 鸡肉    | 鱼     | 鸡蛋    | 植物油   |
|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $\alpha$ -六六六 | 0.135 | 0.034 | 0.045 | 0.018 | 0.039 | 0.053 | 0.097 |
| 六氯苯           | 0.114 | 0.098 | 0.051 | 0.089 | 0.030 | 0.060 | 0.194 |
| $\beta$ -六六六  | 0.210 | 0.376 | 0.107 | 0.161 | 0.179 | 0.179 | 0.634 |
| $\gamma$ -六六六 | 0.075 | 0.134 | 0.118 | 0.077 | 0.064 | 0.096 | 0.226 |
| 五氯硝基苯         | 0.089 | 0.160 | 0.149 | 0.104 | 0.040 | 0.114 | 0.270 |
| $\delta$ -六六六 | 0.284 | 0.169 | 0.045 | 0.092 | 0.038 | 0.161 | 0.179 |
| 五氯苯胺          | 0.248 | 0.153 | 0.055 | 0.141 | 0.139 | 0.291 | 0.250 |
| 七氯            | 0.125 | 0.192 | 0.079 | 0.134 | 0.027 | 0.053 | 0.247 |
| 五氯苯基硫醚        | 0.083 | 0.089 | 0.078 | 0.050 | 0.131 | 0.082 | 0.151 |
| 艾氏剂           | 0.148 | 0.095 | 0.090 | 0.034 | 0.138 | 0.087 | 0.159 |
| 氧氯丹           | 0.078 | 0.062 | 0.256 | 0.181 | 0.187 | 0.126 | 0.253 |
| 环氧七氯          | 0.058 | 0.034 | 0.166 | 0.042 | 0.132 | 0.089 | 0.088 |
| 反氯丹           | 0.071 | 0.044 | 0.051 | 0.087 | 0.048 | 0.094 | 0.307 |
| $\alpha$ -硫丹  | 0.088 | 0.027 | 0.154 | 0.140 | 0.060 | 0.191 | 0.382 |
| 顺氯丹           | 0.055 | 0.039 | 0.029 | 0.088 | 0.040 | 0.066 | 0.240 |
| $p,p'$ -滴滴伊   | 0.136 | 0.183 | 0.070 | 0.046 | 0.126 | 0.174 | 0.345 |
| 狄氏剂           | 0.033 | 0.025 | 0.024 | 0.015 | 0.050 | 0.101 | 0.137 |
| 异狄氏剂          | 0.155 | 0.185 | 0.131 | 0.324 | 0.101 | 0.481 | 0.481 |
| $\beta$ -硫丹   | 0.030 | 0.042 | 0.200 | 0.066 | 0.063 | 0.080 | 0.246 |
| $p,p'$ -滴滴涕   | 0.032 | 0.165 | 0.378 | 0.230 | 0.211 | 0.151 | 0.465 |
| $o,p'$ -滴滴涕   | 0.029 | 0.147 | 0.335 | 0.138 | 0.156 | 0.048 | 0.412 |
| 异狄氏剂醛         | 0.072 | 0.051 | 0.088 | 0.069 | 0.078 | 0.072 | 0.358 |
| 硫丹硫酸盐         | 0.140 | 0.183 | 0.153 | 0.293 | 0.200 | 0.267 | 0.260 |
| $p,p'$ -滴滴涕   | 0.138 | 0.086 | 0.119 | 0.168 | 0.198 | 0.461 | 0.481 |
| 异狄氏剂酮         | 0.038 | 0.061 | 0.036 | 0.054 | 0.041 | 0.222 | 0.239 |
| 灭蚊灵           | 0.133 | 0.145 | 0.153 | 0.175 | 0.167 | 0.276 | 0.127 |

## 附录 B

(资料性附录)

## 有机氯农药混合标准溶液的色谱图

有机氯农药混合标准溶液的色谱图见图 B.1。



出峰顺序: 1.  $\alpha$ -六六六; 2. 六氯苯; 3.  $\beta$ -六六六; 4.  $\gamma$ -六六六; 5. 五氯硝基苯; 6.  $\delta$ -六六六; 7. 五氯苯胺; 8. 七氯; 9. 五氯苯基硫醚; 10. 艾氏剂; 11. 氧氯丹; 12. 环氧七氯; 13. 反氯丹; 14.  $\alpha$ -硫丹; 15. 顺氯丹; 16.  $p, p'$ -滴滴伊; 17. 狄氏剂; 18. 异狄氏剂; 19.  $\beta$ -硫丹; 20.  $p, p'$ -滴滴涕; 21.  $o, p'$ -滴滴涕; 22. 异狄氏剂醛; 23. 硫丹硫酸盐; 24.  $p, p'$ -滴滴涕; 25. 异狄氏剂酮; 26. 灭蚊灵。

图 B.1 有机氯农药混合标准溶液的色谱图

附 录 C  
(资料性附录)  
方法的不确定度

第一法的不确定度见表 C.1。

表 C.1 以六氯苯和灭蚊灵为目标化合物,采用第一法测定的不确定度结果

| 农药组分 | 量值/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) | 相对标准不确定度 | 扩展不确定度  |
|------|--------------------------------|----------|---------|
| 六氯苯  | 15.6                           | 0.0572   | 0.114   |
| 灭蚊灵  | 20.0                           | 0.036 9  | 0.077 8 |

 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

**M** **MACY** 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL: 010-6853-4686

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

食品中有机氯农药  
多组分残留量的测定

GB/T 5009.19—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

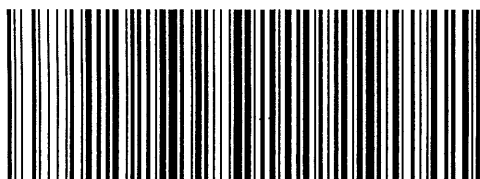
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36074 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.19-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.33—2008  
代替 GB/T 5009.33—2003, GB/T 5413.32—1997, GB/T 15401—1994

## 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定

Determination of nitrite and nitrate in foods

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

本标准代替 GB/T 5009.33—2003《食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》、GB/T 5413.32—1997《乳粉硝酸盐、亚硝酸盐的测定》以及 GB/T 15401—1994《水果、蔬菜及其制品 亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定》。

本标准与 GB/T 5009.33—2003 相比主要修改如下：

——增加了亚硝酸盐和硝酸盐测定的离子色谱方法并作为第一法；

——对盐酸萘乙二胺法的试样前处理条件进行了修订。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准离子色谱法由中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草；江苏省疾病预防控制中心、上海市疾病预防控制中心、北京市疾病预防控制中心参加起草。

本标准分光光度法由中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草。

本标准示波极谱法由华中师范大学、湖北省食品卫生监督检验所、武汉同济医科大学负责起草。

本标准离子色谱法主要起草人：吴永宁、张磊、赵云峰、周萍萍、马永建、汪国权、邵兵。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 5009.33—1985、GB/T 5009.33—1996、GB/T 5009.33—2003；

——GB 5413—1985、GB/T 5413.32—1997；

——GB/T 15401—1994。

## 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定方法。

本标准适用于食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定。

离子色谱法中亚硝酸盐和硝酸盐检出限分别为 0.4 mg/kg 和 0.8 mg/kg;分光光度法中亚硝酸盐和硝酸盐检出限分别为 1 mg/kg 和 1.4 mg/kg。

### 第一法 离子色谱法——亚硝酸盐和硝酸盐的测定

### 2 原理

试样经沉淀蛋白质、除去脂肪后,采用相应的方法提取和纯化,以氢氧化钾溶液为淋洗液,阴离子交换柱分离,电导检测器检测。以保留时间定性,外标法定量。

### 3 试剂

- 3.1 超纯水:电阻率为  $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。
- 3.2 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ :分析纯。
- 3.3 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ :分析纯。
- 3.4 硼酸钠 $(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ :分析纯。
- 3.5 亚铁氰化钾溶液(106 g/L):称取 106.0 g 亚铁氰化钾用水溶解,并稀释至 1 000 mL。
- 3.6 乙酸锌溶液(220 g/L):称取 220.0 g 乙酸锌,先加 30 mL 冰乙酸溶解,用水稀释至 1 000 mL。
- 3.7 饱和硼砂溶液(50g/L):称取 5.0 g 硼酸钠,溶于 100 mL 热水,冷却后备用。
- 3.8 亚硝酸根离子( $\text{NO}_2^-$ )标准溶液(100 mg/L,水基体)。
- 3.9 硝酸根离子( $\text{NO}_3^-$ )标准溶液(1 000 mg/L,水基体)。
- 3.10 亚硝酸盐(以  $\text{NO}_2^-$  计,下同)和硝酸盐(以  $\text{NO}_3^-$  计,下同)混合标准使用液:准确移取亚硝酸根离子( $\text{NO}_2^-$ )和硝酸根离子( $\text{NO}_3^-$ )的标准溶液各 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,此溶液 1 mL 含亚硝酸根离子 1.0  $\mu\text{g}$  和硝酸根离子 10.0  $\mu\text{g}$ 。

### 4 仪器

- 4.1 离子色谱仪:包括电导检测器,配有抑制器,大容量阴离子交换柱,25  $\mu\text{L}$  定量环。
- 4.2 食物粉碎机。
- 4.3 超声波清洗器。
- 4.4 分析天平:感量 0.1 mg 和 1 mg。
- 4.5 离心机:转速不低于 10 000 r/min,配 5 mL 或 10 mL 离心管。
- 4.6 0.22  $\mu\text{m}$  水性滤膜针头滤器。
- 4.7 净化柱:包括  $\text{C}_{18}$  柱、Ag 柱和 Na 柱或等效柱。
- 4.8 注射器:1.0 mL、2.5 mL。

所有玻璃器皿使用前均需依次用 2 mol/L 氢氧化钠和水分别浸泡 4 h,然后用水冲洗 3 次~5 次,晾干备用。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样预处理

5.1.1 新鲜蔬菜、水果:将整棵蔬菜或水果用去离子水洗净,晾干后,取可食部切碎混匀。将切碎的样品用四分法取适量,用组织捣碎机制成匀浆备用。如需加水应记录加水量。

5.1.2 肉类、蛋、水产及其制品:用四分法取适量或取全部,用组织捣碎机制成匀浆备用。

5.1.3 奶粉、豆奶粉、婴儿配方粉等固态乳制品(不包括奶酪):将样品装入能够容纳2倍试样体积的带盖样品容器中,通过反复摇晃和颠倒容器使样品充分混匀直到使样品均一化。

5.1.4 酸奶、牛奶、炼乳及其他液体乳制品:通过搅拌或反复摇晃和颠倒容器使样品充分混匀。

5.1.5 奶酪:取适量的样品研磨成均匀的泥浆状。为避免水分损失,研磨过程中应避免产生过多的热量。

### 5.2 提取

5.2.1 水果、蔬菜、鱼类、肉类、蛋类及其制品等:称取试样匀浆5 g(精确至0.001 g),以80 mL水洗入100 mL容量瓶中,超声提取30 min,每隔5 min振摇一次,保持固相完全分散。于75℃水浴中放置5 min,用水定容至刻度。溶液经滤纸过滤后,取部分溶液于10 000 r/min离心15 min,上清液备用。

5.2.2 腌鱼类、腌肉类及其他腌制品:称取试样匀浆2 g(精确至0.001 g),以80 mL水洗入100 mL容量瓶中,超声提取30 min,每5 min振摇一次,保持固相完全分散。于75℃水浴中放置5 min,用水定容至刻度。溶液经滤纸过滤后,取部分溶液于10 000 r/min离心15 min,上清液备用。

5.2.3 牛奶:称取试样10 g(精确至0.001 g),置于100 mL容量瓶中,加水80 mL,摇匀,超声30 min,加入3%冰乙酸溶液2 mL,于4℃放置20 min,放置至室温,用水定容至刻度。溶液经滤纸过滤,取上清液备用。

5.2.4 奶粉:称取试样2.5 g(精确至0.001 g),置于100 mL容量瓶中,加水80 mL,摇匀,超声30 min,加入3%冰乙酸溶液2 mL,于4℃放置20 min,放置至室温,用水定容至刻度。溶液经滤纸过滤,取上清液备用。

5.2.5 取上清液约15 mL通过0.22 μm水性滤膜针头滤器、C<sub>18</sub>柱,弃去前面3 mL(如果氯离子大于100 mg/L,则需要依次通过针头滤器、C<sub>18</sub>柱、Ag柱和Na柱,弃去前面7 mL),收集后面洗脱液待测。

固相萃取柱使用前需进行活化,如使用OnGuard II RP柱(1.0 mL)、OnGuard II Ag柱(1.0 mL)和OnGuard II Na柱(1.0 mL)<sup>1)</sup>,其活化过程为:OnGuard II RP柱(1.0 mL)使用前依次用10 mL甲醇、15 mL水通过,静置活化30 min。OnGuard II Ag柱(1.0 mL)和OnGuard II Na柱(1.0 mL)用10 mL水通过,静置活化30 min。

### 5.3 参考色谱条件

5.3.1 色谱柱:氢氧化物选择性,可兼容梯度洗脱的高容量阴离子交换柱,如Dionex IonPac AS11-HC 4 mm×250 mm(带IonPac AG11-HC型保护柱4 mm×50 mm)<sup>1)</sup>,或性能相当的离子色谱柱。

5.3.2 淋洗液:氢氧化钾溶液,浓度为6 mmol~70 mmol。洗脱梯度为6 mmol 30 min,70 mmol 5 min,6 mmol 5 min。

5.3.3 抑制器:连续自动再生膜阴离子抑制器,或等效抑制装置。

5.3.4 检测器:电导检测器,检测池温度35℃。

5.3.5 淋洗液流速:1.0 mL/min。

5.3.6 进样体积:25 μL(可根据样品中被测离子含量进行调整)。

1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可,如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

## 5.4 测定

### 5.4.1 标准曲线

移取亚硝酸盐和硝酸盐混合标准使用液,加水稀释,制成系列标准溶液,含亚硝酸根离子浓度为 0.00 mg/L、0.02 mg/L、0.04 mg/L、0.06 mg/L、0.08 mg/L、0.10 mg/L、0.15 mg/L、0.20 mg/L,硝酸根离子浓度为 0.0 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.6 mg/L、0.8 mg/L、1.0 mg/L、1.5 mg/L、2.0 mg/L 的混合标准溶液,从低到高浓度依次进样,得到上述各浓度标准溶液的色谱图。以亚硝酸根离子和硝酸根离子的浓度(mg/L)为横坐标,以峰高( $\mu$ S)或峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,并计算线性回归方程。

### 5.4.2 样品测定

用 1.0 mL 注射器分别吸取空白和试样溶液,在相同工作条件下,依次注入离子色谱仪中,记录色谱图。根据保留时间定性,分别测量空白和样品的峰高( $\mu$ S)或峰面积。

## 6 结果计算

试样中亚硝酸盐(以  $\text{NO}_2^-$  计)或硝酸盐(以  $\text{NO}_3^-$  计)含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——试样中亚硝酸根离子或硝酸根离子的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$c$ ——测定用试样溶液中的亚硝酸根离子或硝酸根离子浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$c_0$ ——试剂空白液中亚硝酸根离子或硝酸根离子的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$ ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);

$f$ ——试样溶液稀释倍数;

$m$ ——试样取样量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

## 7 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 10%。

## 8 典型离子色谱分离图

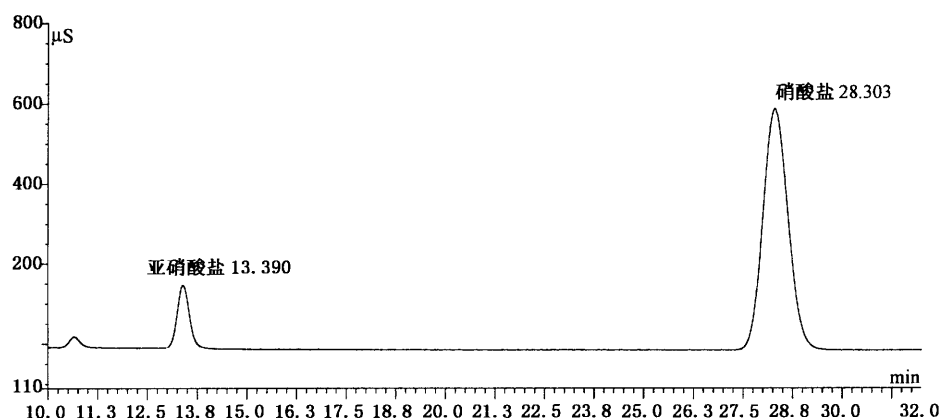


图 1 亚硝酸盐和硝酸盐混合标准溶液的色谱图

## 第二法 分光光度法——亚硝酸盐和硝酸盐的测定

## 9 原理

试样经沉淀蛋白质、除去脂肪后,在弱酸条件下亚硝酸盐与对氨基苯磺酸重氮化后,再与盐酸萘乙二胺偶合形成紫红色染料,与标准比较定量,测得亚硝酸盐含量。硝酸盐通过镉柱还原成亚硝酸盐,测得亚硝酸盐总量,由总量减去亚硝酸盐含量即得硝酸盐含量。

## 10 试剂

10.1 水:二级实验室用水或去离子水。

10.2 对氨基苯磺酸( $C_6H_7NO_3S$ ):分析纯。

10.3 盐酸萘乙二胺溶液( $C_{12}H_{14}N_2 \cdot 2HCl$ ):分析纯。

10.4 亚铁氰化钾溶液(106 g/L):称取 106.0 g 亚铁氰化钾(3.2),用水溶解,并稀释至 1 000 mL。

10.5 乙酸锌溶液(220 g/L):称取 220.0 g 乙酸锌(3.3),先加 30 mL 冰乙酸溶解,用水稀释至 1 000 mL。

10.6 饱和硼砂溶液(50 g/L):称取 5.0 g 硼酸钠(3.4),溶于 100 mL 热水中,冷却后备用。

10.7 氨缓冲溶液(pH 9.6~9.7):量取 30 mL 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL),加 100 mL 水,混匀后加 65 mL 氨水(25%),再加水稀释至 1 000 mL,混匀。调节 pH 至 9.6~9.7。

10.8 稀氨缓冲液:量取 50 mL 氨缓冲溶液,加水稀释至 500 mL,混匀。

10.9 盐酸溶液(0.1 mol/L):吸取 5 mL 盐酸,用水稀释至 600 mL。

10.10 对氨基苯磺酸溶液(4 g/L):称取 0.4 g 对氨基苯磺酸,溶于 100 mL 20% 盐酸中,置棕色瓶中混匀,避光保存。

10.11 盐酸萘乙二胺溶液(2 g/L):称取 0.2 g 盐酸萘乙二胺,溶解于 100 mL 水中,混匀后,置棕色瓶中,避光保存。

10.12 亚硝酸钠标准溶液:准确称取 0.100 0 g 于 110 °C~120 °C 干燥恒重的亚硝酸钠,加水溶解移入 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于 200  $\mu$ g 的亚硝酸钠。

10.13 亚硝酸钠标准使用液:临用前,吸取亚硝酸钠标准溶液 5.00 mL,置于 200 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 5.0  $\mu$ g 亚硝酸钠。

10.14 硝酸钠标准溶液:准确称取 0.123 2 g 于 110 °C~120 °C 干燥恒重的硝酸钠,加水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,并稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 200  $\mu$ g 硝酸钠。

10.15 硝酸钠标准使用液:临用时吸取硝酸钠标准溶液 2.50 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 5  $\mu$ g 硝酸钠。

## 11 仪器

11.1 组织捣碎机。

11.2 超声波清洗器。

11.3 恒温干燥箱。

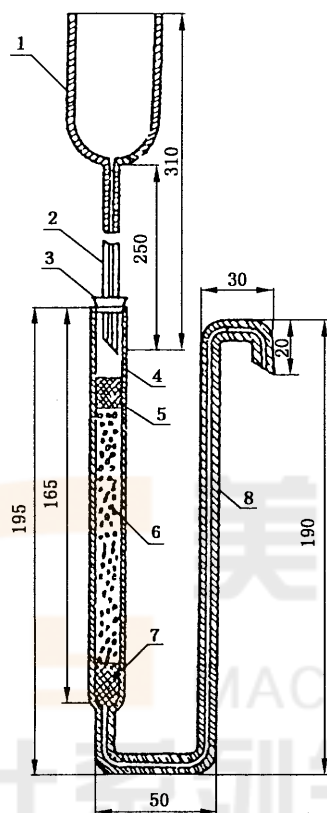
11.4 分光光度计。

11.5 镉柱

11.5.1 海绵状镉的制备:投入足够的锌皮或锌棒于 500 mL 硫酸镉溶液(200 g/L)中,经 3 h~4 h,当其中的镉全部被锌置换后,用玻璃棒轻轻刮下,取出残余锌棒,使镉沉底,倾去上层清液,以水用倾泻法多次洗涤,然后移入组织捣碎机中,加 500 mL 水,捣碎约 2 s,用水将金属细粒洗至标准筛上,取 20 目~40 目之间的部分。

11.5.2 镉柱的装填:如图 2。用水装满镉柱玻璃管,并装入 2 cm 高的玻璃棉做垫,将玻璃棉压向柱底时,应将其所包含的空气全部排出,在轻轻敲击下加入海绵状镉至 8 cm~10 cm 高,上面用 1 cm 高的玻璃棉覆盖,上置一贮液漏斗,末端要穿过橡皮塞与镉柱玻璃管紧密连接。

单位为毫米



- 1——贮液漏斗,内径 35 mm,外径 37 mm;  
 2——进液毛细管,内径 0.4 mm,外径 6 mm;  
 3——橡皮塞;  
 4——镉柱玻璃管,内径 12 mm,外径 16 mm;  
 5、7——玻璃棉;  
 6——海绵状镉;  
 8——出液毛细管,内径 2 mm,外径 8 mm。

图 2 镉柱示意图

如无上述镉柱玻璃管时,可以 25 mL 酸式滴定管代替,但过柱时要注意始终保持液面在镉层之上。

当镉柱填装好后,先用 25 mL 盐酸(0.1 mol/L)洗涤,再以水洗两次,每次 25 mL,镉柱不用时用水封盖,随时都要保持水平面在镉层之上,不得使镉层夹有气泡。

11.5.3 镉柱每次使用完毕后,应先用 25 mL 盐酸(0.1 mol/L)洗涤,再以水洗两次,每次 25 mL,最后用水覆盖镉柱。

11.5.4 镉柱还原效率的测定:吸取 20 mL 硝酸钠标准使用液,加入 5 mL 稀氨缓冲液,混匀后注入贮液漏斗,使流经镉柱还原,以原烧杯收集流出液,当贮液漏斗中的样液流完后,再加 5 mL 水置换柱内留存的样液。取 10.0 mL 还原后的溶液(相当于 10  $\mu$ g 亚硝酸钠)于 50 mL 比色管中,以下按 12.4 自“吸取 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL……”起依法操作,根据标准曲线计算测得结果,与加入量一致,还原效率应大于 98%为符合要求。

#### 11.5.5 结果计算

还原效率按式(2)进行计算:

$$X = \frac{A}{10} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X$ ——还原效率, %;

$A$ ——测得亚硝酸钠的含量, 单位为微克( $\mu\text{g}$ );

10——测定用溶液相当于亚硝酸钠的含量, 单位为微克( $\mu\text{g}$ )。

## 12 分析步骤

### 12.1 样品预处理

同 5.1。

### 12.2 提取

12.2.1 蔬菜、水果、肉、水产、蛋类及奶酪等: 称取 5 g(精确至 0.001 g)制成匀浆的试样(如制备过程中加水, 应按加水量折算), 置于 50 mL 烧杯中, 加 12.5 mL 硼砂饱和液, 搅拌均匀, 以 70 °C 左右的水约 300 mL 将试样洗入 500 mL 容量瓶中, 于沸水浴中加热 15 min, 取出置冷水浴中冷却, 并放置至室温。

12.2.2 乳及乳制品(不包括奶酪): 称取 5 g(精确至 0.001 g)混匀的样品(牛奶等液态乳可取 10 g~20 g), 置于 50 mL 烧杯中, 加 12.5 mL 硼砂饱和液, 搅拌均匀, 以 50 °C~60 °C 左右的水约 300 mL 将试样洗入 500 mL 容量瓶中, 置超声波清洗器中超声提取 20 min。

### 12.3 提取液净化

在上述提取液中, 一边转动, 一边加入 5 mL 亚铁氰化钾溶液, 摇匀, 再加入 5 mL 乙酸锌溶液, 以沉淀蛋白质。加水至刻度, 摇匀, 放置 0.5 h, 除去上层脂肪, 清液用滤纸过滤, 弃去初滤液 30 mL, 滤液备用。

### 12.4 亚硝酸盐的测定

吸取 40.0 mL 上述滤液于 50 mL 带塞比色管中, 另吸取 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 亚硝酸钠标准使用液(相当于 0.0  $\mu\text{g}$ 、1.0  $\mu\text{g}$ 、2.0  $\mu\text{g}$ 、3.0  $\mu\text{g}$ 、4.0  $\mu\text{g}$ 、5.0  $\mu\text{g}$ 、7.5  $\mu\text{g}$ 、10.0  $\mu\text{g}$ 、12.5  $\mu\text{g}$  亚硝酸钠), 分别置于 50 mL 带塞比色管中。于标准管与试样管中分别加入 2 mL 对氨基苯磺酸溶液(4 g/L), 混匀, 静置 3 min~5 min 后各加入 1 mL 盐酸萘乙二胺溶液(2 g/L), 加水至刻度, 混匀, 静置 15 min, 用 2 cm 比色杯, 以零管调节零点, 于波长 538 nm 处测吸光度, 绘制标准曲线比较。同时做试剂空白。

### 12.5 硝酸盐的测定

#### 12.5.1 镉柱还原

12.5.1.1 先以 25 mL 稀氨缓冲液冲洗镉柱, 流速控制在 3 mL/min~5 mL/min(以滴定管代替的可控制在 2 mL/min~3 mL/min)。

12.5.1.2 吸取 20 mL 滤液于 50 mL 烧杯中, 加 5 mL 氨缓冲溶液, 混合后注入贮液漏斗, 使流经镉柱还原, 以原烧杯收集流出液, 当贮液漏斗中的样液流完后, 再加 5 mL 水置换柱内留存的样液。

12.5.1.3 将全部收集液如前再经镉柱还原一次, 第二次流出液收集于 100 mL 容量瓶中, 继以水流经镉柱洗涤三次, 每次 20 mL, 洗液一并收集于同一容量瓶中, 加水至刻度, 混匀。

#### 12.5.2 亚硝酸钠总量的测定

吸取 10 mL~20 mL 还原后的样液于 50 mL 比色管中。以下按 12.4 自“吸取 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL……”起依法操作。

## 13 结果计算

### 13.1 亚硝酸盐含量计算

亚硝酸盐(以亚硝酸钠计)的含量按式(3)进行计算:

$$X_1 = \frac{A_1 \times 1\,000}{m \times \frac{V_1}{V_0} \times 1\,000} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$X_1$ ——试样中亚硝酸钠的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A_1$ ——测定用样液中亚硝酸钠的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试样质量,单位为克(g);

$V_1$ ——测定用样液体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——试样处理液总体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。

### 13.2 硝酸盐含量的计算

硝酸盐(以硝酸钠计)的含量按式(4)进行计算:

$$X_2 = \left( \frac{A_2 \times 1\,000}{m \times \frac{V_2}{V_0} \times \frac{V_4}{V_3} \times 1\,000} - X_1 \right) \times 1.232 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$X_2$ ——试样中硝酸钠的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A_2$ ——经镉粉还原后测得总亚硝酸钠的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试样的质量,单位为克(g);

$V_2$ ——测总亚硝酸钠的测定用样液体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——试样处理液总体积,单位为毫升(mL);

$V_4$ ——经镉柱还原后样液的测定用样液体积,单位为毫升(mL);

$V_3$ ——经镉柱还原后样液总体积,单位为毫升(mL);

$X_1$ ——由式(3)计算出的试样中亚硝酸钠的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

1.232——亚硝酸钠换算成硝酸钠的系数。

计算结果保留两位有效数字。

### 14 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10%。

## 第三法 示波极谱法——亚硝酸盐测定

### 15 原理

试样经沉淀蛋白质、除去脂肪后,在弱酸性的条件下亚硝酸盐与对氨基苯磺酸重氮化后,在弱碱性条件下再与8-羟基喹啉偶合形成橙色染料,该偶氮染料在汞电极上还原产生电流,电流与亚硝酸盐的浓度呈线性关系,可与标准曲线比较定量。

### 16 试剂

16.1 乙二胺四乙酸( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , EDTA)。

16.2 亚铁氰化钾溶液:称取106.0 g亚铁氰化钾(3.2),用水溶解,并稀释至1 000 mL。

16.3 乙酸锌溶液:称取220.0 g乙酸锌(3.3),先加30 mL冰乙酸溶解,用水稀释至1 000 mL。

16.4 饱和硼砂溶液:称取5.0 g硼酸钠(3.4),溶于100 mL热水中,冷却后备用。

16.5 对氨基苯磺酸溶液(8 g/L):称取2 g对氨基苯磺酸(10.2),用热水溶解,再加25 mL盐酸(1.0 mol/L),移至250 mL容量瓶稀释至刻度。

16.6 8-羟基喹啉溶液(1 g/L):称取 0.250 g 8-羟基喹啉,加 4 mL 盐酸(0.1 mol/L)和少量水溶解,移至 250 mL 容量瓶稀释至刻度。

16.7 EDTA 溶液(0.10 mol/L):称取 3.722 g EDTA,加水 30 mL 溶解,转入 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度。

16.8 氨水(5%):吸取 28%的浓氨水 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

16.9 亚硝酸钠标准溶液:准确称取 0.100 0 g 于硅胶干燥器中 24 h 的亚硝酸钠,加水溶解移入 500 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 200  $\mu\text{g}$  亚硝酸钠。

16.10 亚硝酸钠标准使用液:准确吸取亚硝酸钠标准溶液 5.00 mL 于 200 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 5  $\mu\text{g}$  亚硝酸钠。再取 10.00 mL 该稀释液于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 0.5  $\mu\text{g}$  亚硝酸钠。

## 17 仪器

17.1 小型绞肉机。

17.2 示波极谱仪。

## 18 分析步骤

### 18.1 试样处理

称取 5.000 g 经绞碎混匀的试样(午餐肉、火腿肠可称 10.00 g~20.00 g),置于 50 mL 烧杯中,加 12.5 mL 硼砂饱和液,搅拌均匀,以 70  $^{\circ}\text{C}$  的水 300 mL 将试样洗入 500 mL 容量瓶中,于沸水浴中加热 15 min 取出后冷却至室温,然后一边转动,一边加入 5 mL 亚铁氰化钾溶液,摇匀,再加入 5 mL 乙酸锌溶液,以沉淀蛋白质。加水至刻度,摇匀,放置 0.5 h,除去上层脂肪,清液用滤纸过滤,弃去初滤液 50 mL,滤液备用。

### 18.2 测定

吸取 3 mL 上述滤液于 10 mL 容量瓶(或比色管)中,另取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 亚硝酸钠标准溶液(相当于 0.00  $\mu\text{g}$ 、0.25  $\mu\text{g}$ 、0.50  $\mu\text{g}$ 、0.75  $\mu\text{g}$ 、1.00  $\mu\text{g}$ 、1.25  $\mu\text{g}$ 、1.50  $\mu\text{g}$  亚硝酸钠)于 10 mL 容量瓶(或比色管)中,于标准与试样管中分别加入 0.20 mL EDTA 溶液(0.10 mol/L)、1.50 mL 对氨基苯磺酸溶液(8 g/L),混匀,静止 3 min~4 min 后各加入 1.00 mL 8-羟基喹啉溶液(1 g/L)和 0.5 mL 氨水(5%),用水稀释至刻度,混匀,静止 10 min~15 min,将试液全部转入电解池中(10 mL 小烧杯)。在示波极谱仪上采用三电极体系进行测定(滴汞电极为工作电极,饱和甘汞电极为参比电极,铂电极为辅助电极)。

### 18.3 测定参考条件

原点电位调节在 -0.2 V。

倍率为 0.1(可以根据试样中亚硝酸盐含量多少选择合适的倍率。含量高,倍率高,倍率选择在 0.1 以上;反之,倍率选择在 0.1 以下)。

电极开关拨至三电极,导数档。

测量开关拨至阴极。

将三电极插入电解池中,每隔 7 s 仪器自行扫描一次,在荧光屏上记录 -0.56 V 左右(允许电位波动 10 mV~20 mV)的极谱波高,绘制标准曲线比较。

## 19 结果计算

试样中亚硝酸盐(以亚硝酸钠计)的含量按式(5)进行计算:

$$X = \frac{A \times V_1}{m \times V_2}$$

.....( 5 )

式中：  
X——试样中亚硝酸钠的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；  
A——测定用样液中亚硝酸钠的质量，单位为微克(μg)；  
V<sub>1</sub>——试样溶液的总体积，单位为毫升(mL)；  
m——试样质量，单位为克(g)；  
V<sub>2</sub>——测定用样液的体积，单位为毫升(mL)。  
计算结果保留两位有效数字。

20 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 10%。





中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定  
GB/T 5009.33—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

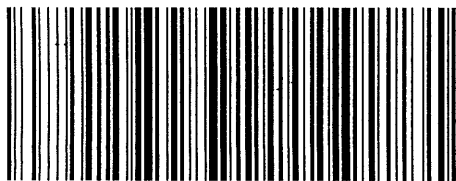
\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066 • 1-36069 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.33-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.49—2008  
代替 GB/T 5009.49—2003

## 发酵酒及其配制酒卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard  
of fermented alcoholic beverages and their integrated alcoholic beverages

MACY 美加仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-11-21 发布

2009-03-01 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

本标准代替 GB/T 5009.49—2003《发酵酒卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.49—2003 相比主要修改如下：

- 修改了标准的名称；
- 修改了标准方法的名称；
- 增加了总二氧化硫的测定方法；
- 删除了黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的测定；
- 删除了 *N*-亚硝胺类(啤酒)的测定；
- 删除了着色剂的测定。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、中国食品发酵工业研究院、辽宁省疾病预防控制中心、黑龙江省疾病预防控制中心、重庆市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：杨大进、常迪、赵馨、康永璞、李敏、肖白曼、赵舰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 5009.49—1985、GB/T 5009.49—1996、GB/T 5009.49—2003。

## 发酵酒及其配制酒卫生标准的分析方法

### 1 范围

本标准规定了发酵酒及其配制酒中各项卫生指标的分析方法。

本标准适用于发酵酒及其配制酒中各项卫生指标的分析。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.1—2003 食品卫生检验方法 理化部分 总则

GB/T 5009.12 食品中铅的测定

GB/T 5009.34—2003 食品中亚硫酸盐的测定

GB/T 5009.185 苹果和山楂制品中展青霉素的测定

### 3 感官检查

应符合相应产品标准的有关规定。

### 4 理化检验

#### 4.1 总二氧化硫

##### 4.1.1 氧化法

##### 4.1.1.1 原理

在低温条件下,样品中的游离二氧化硫与过量的过氧化氢反应生成硫酸,再用碱标准溶液滴定生成的硫酸,由此可得到样品中游离二氧化硫的含量。在加热条件下,样品中的结合二氧化硫被释放,与过氧化氢发生氧化还原反应,通过用氢氧化钠标准溶液滴定生成的硫酸,可得到样品中结合二氧化硫的含量。将结合二氧化硫与游离二氧化硫测定值相加,即得出样品中总二氧化硫的含量。

##### 4.1.1.2 试剂

4.1.1.2.1 过氧化氢( $\text{H}_2\text{O}_2$ ):分析纯。

4.1.1.2.2 磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ):分析纯。

4.1.1.2.3 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ ):分析纯。

4.1.1.2.4 甲基红( $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$ ):指示剂。

4.1.1.2.5 次甲基蓝( $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ):指示剂。

4.1.1.2.6 过氧化氢溶液(0.3%):吸取 1 mL 30%过氧化氢(开启后存于冰箱),用水稀释至 100 mL。使用当天配制。

4.1.1.2.7 磷酸溶液(25%):量取 295 mL 85%磷酸,用水稀释至 1 000 mL。

4.1.1.2.8 氢氧化钠标准滴定溶液[ $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ ]:按 GB/T 5009.1—2003 的附录 B 配制与标定。存放在橡胶塞上装有钠石灰管的瓶中,每周重配。

4.1.1.2.9 甲基红-次甲基蓝混合指示液:

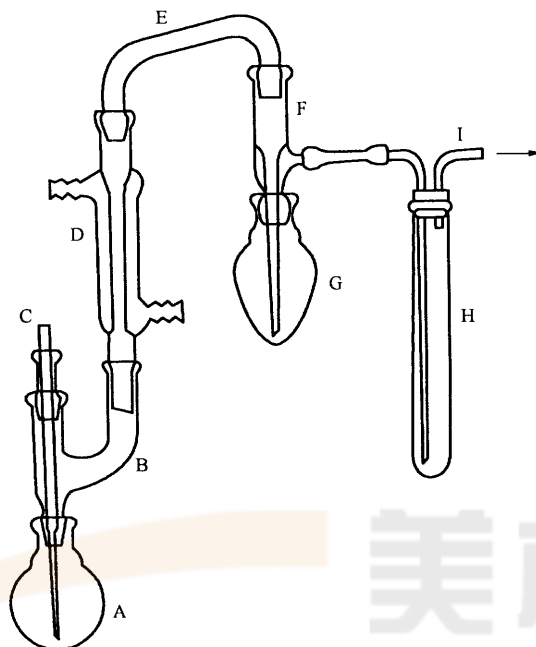
溶液 I:称取 0.1 g 次甲基蓝,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

溶液 II:称取 0.1 g 甲基红,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

取 50 mL 溶液 I、100 mL 溶液 II，混匀。

#### 4.1.1.3 仪器

##### 4.1.1.3.1 二氧化硫测定装置，见图 1。



- A——短颈球瓶；  
 B——三通连接管；  
 C——通气管；  
 D——直管冷凝管；  
 E——弯管；  
 F——真空蒸馏接受管；  
 G——梨形瓶；  
 H——气体洗涤器；  
 I——直角弯管（接真空泵或抽气管）。

图 1 二氧化硫测定装置

##### 4.1.1.3.2 真空泵。

#### 4.1.1.4 分析步骤

##### 4.1.1.4.1 游离二氧化硫的测定

4.1.1.4.1.1 按图 1 所示，将二氧化硫测定装置连接妥当，I 管与真空泵（或抽气管）相接，D 管通入冷却水。取下梨形瓶（G）和气体洗涤器（H），在 G 瓶中加入 20 mL 过氧化氢溶液、H 管中加入 5 mL 过氧化氢溶液，各加 3 滴混合指示液后，溶液立即变为紫色，滴入氢氧化钠标准溶液，使其颜色恰好变为橄榄绿色，然后重新安装妥当，将 A 瓶浸入冰浴中。

4.1.1.4.1.2 吸取 20.00 mL 样品（液温  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ），从 C 管上口加入 A 瓶中，随后吸取 10 mL 磷酸溶液（4.1.1.2.7），亦从 C 管上口加入 A 瓶中。

4.1.1.4.1.3 开启真空泵，使抽入空气流量  $1\ 000\text{ mL/min} \sim 1\ 500\text{ mL/min}$ ，抽气 10 min。取下 G 瓶，用氢氧化钠标准滴定溶液（4.1.1.2.8）滴定至重现橄榄绿色即为终点，记下消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数。以水代替样品做空白试验，操作同上。一般情况下，H 管中溶液不应变色，如果溶液变为紫色，也需用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至橄榄绿色，并将所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积与 G 瓶消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积相加。

## 4.1.1.4.1.4 结果计算

样品中游离二氧化硫的含量按式(1)计算。

$$X = \frac{c \times (V - V_0) \times 32}{20} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——样品中游离二氧化硫的含量,单位为毫克每升(mg/L);

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V——测定样品时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V<sub>0</sub>——空白试验消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

32——二氧化硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

20——吸取样品的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留三位有效数字。

## 4.1.1.4.1.5 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10%。

## 4.1.1.4.2 结合二氧化硫的测定

4.1.1.4.2.1 继4.1.1.4.1测定游离二氧化硫后,将滴定至橄榄绿色的G瓶重新与F管连接。拆除A瓶下的冰浴,用温火小心加热A瓶,使瓶内溶液保持微沸。

4.1.1.4.2.2 开启真空泵,以下操作同4.1.1.4.1.3。

## 4.1.1.4.2.3 计算

同4.1.1.4.1.4。计算结果为结合二氧化硫含量。

## 4.1.1.4.3 结果计算

将游离二氧化硫与结合二氧化硫的测定值相加,即为样品中总二氧化硫含量。

## 4.1.2 直接碘量法

## 4.1.2.1 原理

在碱性条件下,结合态二氧化硫被解离出来,然后再用碘标准滴定溶液滴定,得到样品中总二氧化硫的含量。

## 4.1.2.2 试剂

4.1.2.2.1 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

4.1.2.2.2 硫酸溶液(1+3):取1体积浓硫酸缓慢注入3体积水中。

4.1.2.2.3 碘标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}I_2\right)=0.02\text{ mol/L}\right]$ :称取13 g碘及35 g碘化钾,溶于100 mL水中,稀释至1 000 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中。标定后,再准确稀释5倍。

4.1.2.2.4 淀粉指示液(10 g/L):称取1 g淀粉,加5 mL水使其成糊状,在搅拌下将糊状物加到90 mL沸腾的水中,煮沸1 min~2 min,冷却稀释至100 mL,再加入40 g氯化钠。使用期为两周。

## 4.1.2.3 分析步骤

吸取25.00 mL氢氧化钠溶液(4.1.2.2.1)于250 mL碘量瓶中,再准确吸取25.00 mL样品(液温20℃),并以吸管尖插入氢氧化钠溶液的方式,加入到碘量瓶中,摇匀,盖塞。静置15 min后,再加入少量碎冰块、1 mL淀粉指示液(4.1.2.2.4)、10 mL硫酸溶液(4.1.2.2.2),摇匀,用碘标准滴定溶液(4.1.2.2.3)迅速滴定至淡蓝色,30 s内不变即为终点,记下消耗碘标准滴定溶液的体积(V)。

以水代替样品做空白试验,操作同上。

## 4.1.2.4 结果计算

样品中总二氧化硫的含量按式(2)计算。

$$X = \frac{c \times (V - V_0) \times 32}{25} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X$ ——样品中总二氧化硫的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$c$ ——碘标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ ——测定样品消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——空白试验消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

32——二氧化硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

25——吸取样品的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留三位有效数字。

#### 4.1.2.5 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10%。

#### 4.1.3 直接蒸馏法

按 GB/T 5009.34—2003 的第二法操作。

#### 4.2 铅

按 GB/T 5009.12 操作。

#### 4.3 展青霉素

按 GB/T 5009.185 操作。

#### 4.4 甲醛

##### 4.4.1 原理

甲醛在过量乙酸铵的存在下,与乙酰丙酮和氨离子生成黄色的 2,6-二甲基-3,5-二乙酰基-1,4-二氢吡啶化合物,在波长 415 nm 处有最大吸收,在一定浓度范围,其吸光度值与甲醛含量成正比,与标准系列比较定量。

##### 4.4.2 试剂

4.4.2.1 乙酰丙酮( $C_5H_8O_2$ ):分析纯。

4.4.2.2 乙酸铵( $C_2H_7NO_2$ ):分析纯。

4.4.2.3 乙酸( $C_2H_4CO_2$ ):分析纯。

4.4.2.4 甲醛( $CH_2O$ ):分析纯。

4.4.2.5 硫代硫酸钠( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ):基准物质。

4.4.2.6 碘( $I_2$ ):分析纯。

4.4.2.7 淀粉( $C_6H_{10}O_5$ ):指示剂。

4.4.2.8 硫酸( $H_2SO_4$ ):分析纯。

4.4.2.9 氢氧化钠( $NaOH$ ):分析纯。

4.4.2.10 磷酸( $H_3PO_4$ ):分析纯。

4.4.2.11 乙酰丙酮溶液:称取新蒸馏乙酰丙酮 0.4 g 和乙酸铵 25 g、乙酸 3 mL 溶于水中,定容至 200 mL 备用,用时配制。

4.4.2.12 甲醛:36%~38%。

4.4.2.13 硫代硫酸钠标准溶液(0.100 0 mol/L):见 GB/T 5009.1—2003 的第 B.15 章。

4.4.2.14 碘标准溶液(0.1 mol/L):见 GB/T 5009.1—2003 的第 B.13 章。

4.4.2.15 淀粉指示剂(5 g/L):称取 0.5 g 可溶性淀粉,加入 5 mL 水,搅匀后缓缓倾入 100 mL 沸水中,随加随搅拌,煮沸 2 min,放冷,备用。此指示剂应临用时现配。

4.4.2.16 硫酸溶液(1 mol/L):量取 30 mL 硫酸,缓缓注入适量水中,冷却至室温后用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.4.2.17 氢氧化钠溶液(1 mol/L):吸取 56 mL 澄清的氢氧化钠饱和溶液,加适量新煮沸过的冷水至 1 000 mL,摇匀。

4.4.2.18 磷酸溶液(200 g/L):称取 20 g 磷酸,加水稀释至 100 mL,混匀。

4.4.2.19 甲醛标准溶液的配制和标定:吸取 36%~38% 甲醛溶液 7.0 mL,加入 1 mol/L 硫酸 0.5 mL,用水稀释至 250 mL,此液为标准溶液。吸取上述标准溶液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水稀释定容。再吸 10.0 mL 稀释溶液于 250 mL 碘量瓶中,加水 90 mL、0.1 mol/L 碘溶液 20 mL 和 1 mol/L 氢氧化钠 15 mL,摇匀,放置 15 min。再加入 1 mol/L 硫酸溶液 20 mL 酸化,用 0.100 0 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色,然后加约 5 g/L 淀粉指示剂 1 mL,继续滴定至蓝色褪去即为终点。同时做试剂空白试验。

甲醛标准溶液的浓度按式(3)计算。

$$X = (V_1 - V_2) \times c_1 \times 15 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$X$ ——甲醛标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_1$ ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定甲醛溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c_1$ ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

15——与 1.000 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液 1.0 mL 相当的甲醛的质量,单位为毫克(mg)。

用上述已标定甲醛浓度的溶液,用水配制成含甲醛 1  $\mu$ g/mL 的甲醛标准使用液。

#### 4.4.3 仪器

4.4.3.1 分光光度计。

4.4.3.2 水蒸气蒸馏装置。

4.4.3.3 500 mL 蒸馏瓶。

#### 4.4.4 分析步骤

##### 4.4.4.1 试样处理

吸取已除去二氧化碳的啤酒 25 mL 移入 500 mL 蒸馏瓶中,加 200 g/L 磷酸溶液 20 mL 于蒸馏瓶,接水蒸气蒸馏装置中蒸馏,收集馏出液于 100 mL 容量瓶中(约 100 mL)冷却后加水稀释至刻度。

##### 4.4.4.2 测定

精密吸取 1  $\mu$ g/mL 的甲醛标准溶液各 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 于 25 mL 比色管中,加水至 10 mL。

吸取样品馏出液 10 mL 移入 25 mL 比色管中。标准系列和样品的比色管中,各加入乙酰丙酮溶液 2 mL,摇匀后在沸水浴中加热 10 min,取出冷却,于分光光度计波长 415 nm 处测定吸光度,绘制标准曲线。从标准曲线上查出试样的含量。

##### 4.4.5 结果计算

试样中甲醛的含量按式(4)计算。

$$X = \frac{m}{V} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$X$ ——试样中甲醛的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$m$ ——从标准曲线上查出的相当的甲醛的质量,单位为微克( $\mu$ g);

$V$ ——测定样液中相当的试样体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。

##### 4.4.6 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 10%。



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
发酵酒及其配制酒卫生标准的分析方法  
GB/T 5009.49—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

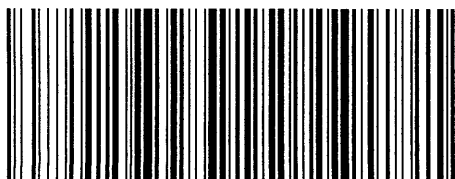
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36105 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68533533



GB/T 5009.49—2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.69—2008  
代替 GB/T 5009.69—2003

## 食品罐头内壁环氧酚醛涂料 卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of epoxy  
phenolic coatings for inner wall of food cans

2008-07-31 发布

2008-11-01 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

本标准代替并废止 GB/T 5009.69—2003《食品罐头内壁环氧酚醛涂料卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.69—2003 相比主要修改在于：标准中“7.1 游离酚”的测定增加了第三法，即“7.1.3 示波极谱法”。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中国食品发酵工业研究院、上海市食品工业研究所、上海市疾病预防控制中心、河北省唐山市疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草。

示波极谱法的主要起草人：张文德、郭忠、杨大进、商博东、王荫国、刘玉欣。

本标准于 1985 年首次发布，1996 年第一次修订，2003 年第二次修订，本次为第三次修订。

 **美析仪器**  
MACY INSTRUMENT  
**专业光度计系列生产厂家**  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 食品罐头内壁环氧酚醛涂料 卫生标准的分析方法

### 1 范围

本标准规定了食品罐头内壁环氧酚醛涂料的各项卫生指标的分析方法。

本标准适用于食品罐头内壁环氧酚醛涂料的各项卫生指标的分析。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 4805 食品罐头内壁环氧酚醛涂料卫生标准

GB/T 5009.60 食品包装用聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯成型品卫生标准的分析方法

### 3 取样方法

3.1 同时出厂的、同规格的若干包涂料铁皮(称为一个货批),随意地按 20 包称为若干货组,不足 20 包的余数应称作一个货组。

3.2 每货组随意地取一包进行检验。货批不足 20 包时,应抽两包进行检验。

3.3 应在被检验的每一包上、中、下三部位分别随意连续各抽 7 张(共 21 张),分别注明产品名称、批号、取样日期、货批合格证号,进行涂料铁皮卫生、理化检验和外观检验。在外观检验的试样中留 3 张保存三个月,以备作仲裁分析用。

### 4 感官检查(包括原材料和成型品)

4.1 涂料膜:呈金黄色,光洁均匀,经模拟液浸泡后,色泽正常,无泛白、脱落现象。

4.2 涂料膜浸泡液:无异色、无异味,不混浊。

应符合 GB 4805 的规定。

### 5 试样处理

5.1 将涂料铁皮裁成一定尺寸,用肥皂水或洗衣粉在涂层表面刷 5 次;在露铁面(无涂层面)来回刷 10 次,用自来水冲洗 0.5 min,再用蒸馏水清洗 3 次,晾干备用,浸泡液量按涂层面积每平方米加 2 mL 计算。

5.2 取同批号被测空罐 3 个~4 个,用肥皂水或洗衣粉转刷 5 次,用自来水冲洗 0.5 min,再用蒸馏水清洗 3 次,晾干。加入浸泡液至离罐口 0.6 cm~0.7 cm,盖好罐盖,外加锡纸扎紧,然后保温浸泡,完成浸泡倒入硬质玻璃容器备用。

### 6 浸泡条件

6.1 水:95℃,30 min。

6.2 乙醇(20%):60℃,30 min。

6.3 乙酸(4%):60℃,30 min。

## 6.4 正己烷: 37 °C, 2 h。

以上含水浸泡液以及分析用水不得含酚和氯。一般用活性炭吸附过的蒸馏水(1 000 mL 蒸馏水加入 1 g 色层分析用的活性炭,充分搅拌,10 min 后静止,过滤待用)。

## 7 理化检验

## 7.1 游离酚

## 7.1.1 滴定法

适用于树脂。

## 7.1.1.1 原理

利用溴与酚结合成三苯酚,剩余的溴与碘化钾作用,析出定量的碘,最后用硫代硫酸钠滴定析出的碘,根据硫代硫酸钠溶液消耗的量,即可计算出酚的含量。

## 7.1.1.2 试剂

## 7.1.1.2.1 盐酸。

## 7.1.1.2.2 三氯甲烷。

## 7.1.1.2.3 乙醇。

## 7.1.1.2.4 饱和溴溶液。

## 7.1.1.2.5 碘化钾溶液(100 g/L)。

## 7.1.1.2.6 淀粉指示液:称取 0.5 g 可溶性淀粉,加少量水调至糊状,然后倒入 100 mL 沸水中,煮沸片刻,临用时现配。

7.1.1.2.7 溴标准溶液 $[c(\frac{1}{2}\text{Br}_2)=0.1\text{ mol/L}]$ 。7.1.1.2.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}]$ 。

## 7.1.1.3 分析步骤

称取约 1.00 g 树脂或环氧酚醛涂料试样(最好是现生产的),小心放入蒸馏瓶内,以 20 mL 乙醇溶解(如水溶性树脂用 20 mL 水),再加入 50 mL 水,然后用水蒸气加热蒸馏出游离酚,馏出溶液收集于 500 mL 容量瓶中,控制在 40 min~50 min 内馏出蒸馏液 300 mL~400 mL,最后取少许新蒸出液样,加 1 滴~2 滴饱和溴水,如无白色沉淀,证明酚已蒸完,即可停止蒸馏,蒸馏液用水稀释至刻度,充分摇匀,备用。

吸取 100 mL 蒸馏液,置于 500 mL 具塞锥形瓶中,加入 25 mL 溴标准溶液(0.1 mol/L)、5 mL 盐酸,在室温下放在暗处 15 min,加入 10 mL 碘化钾(100 g/L),在暗处放置 10 min,加 1 mL 三氯甲烷,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定至淡黄色,加 1 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消退为终点。同时用 20 mL 乙醇加水稀释至 500 mL,然后吸取 100 mL 进行空白试验(如水溶性树脂则以 100 mL 水做空白试验)。

## 7.1.1.4 结果计算

见式(1):

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.01568 \times 5}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$X$ ——试样中游离酚的含量,单位为克每百克(g/100 g);

$V_1$ ——试剂空白滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.01568——与 1.0 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{ mol/L}]$ 相当的苯酚的质量,单

位为克(g)；

$m$ ——样品质量,单位为克(g)。

计算结果表示到三位有效数字。

#### 7.1.1.5 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5%。

#### 7.1.2 比色法

适用于浸泡液的微量游离酚。

##### 7.1.2.1 原理

在碱性溶液(pH9~10.5)的条件,酚与4-氨基安替吡啉经铁氰化钾氧化,生成红色的安替吡啉染料,红色的深浅与酚的含量成正比。用有机溶剂萃取,以提高灵敏度,与标准比较定量。

##### 7.1.2.2 试剂

7.1.2.2.1 磷酸(1+9)。

7.1.2.2.2 硫代硫酸钠标准溶液[ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.025\text{ mol/L}$ ]。

7.1.2.2.3 溴酸钾-溴化钾溶液:准确称取2.78 g经过干燥的溴酸钾,加水溶解,置于1 000 mL容量瓶中,加10 g溴化钾溶解后,以水稀释到刻度。

7.1.2.2.4 盐酸。

7.1.2.2.5 硫酸铜溶液(100 g/L)。

7.1.2.2.6 4-氨基安替吡啉溶液(20 g/L):贮于冰箱能保存一星期。

7.1.2.2.7 铁氰化钾溶液(80 g/L)。

7.1.2.2.8 缓冲液(pH9.8):称取20 g氯化铵于100 mL氨水中,盖紧贮于冰箱。

7.1.2.2.9 三氯甲烷。

7.1.2.2.10 碘化钾。

7.1.2.2.11 淀粉指示液:配制同前。

7.1.2.2.12 酚标准溶液:准确称取新蒸182℃~184℃馏程的苯酚约1 g,溶于水中移入1 000 mL容量瓶,加水稀释至刻度。

7.1.2.2.13 酚标准使用液:吸取10 mL待测定的酚标准溶液,放入250 mL碘量瓶中,加入50 mL水、10 mL溴酸钾-溴化钾溶液,随即加5 mL盐酸,盖好瓶塞,缓缓摇动,静置10 min后加入1 g碘化钾。同时取10 mL,同上步骤做空白试验,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.025 mol/L)滴定空白和酚标准溶液,当溶液滴至淡黄色后加入2 mL淀粉指示液,继续滴至蓝色消失为终点。

按式(2)计算酚标准溶液中酚的含量:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 15.68}{V} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X$ ——酚标准溶液中酚的含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_1$ ——空白滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——酚标准溶液滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

15.68——与1.00 mL硫代硫酸钠[ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{ mol/L}$ ]标准滴定溶液相当的酚的质量,单位为毫克(mg);

$V$ ——标定用酚标准使用液体积,单位为毫升(mL)。

根据上述计算的含量,将酚标准溶液稀释至1 mg/mL,临用时吸取10 mL,置于1 000 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,使此溶液每毫升相当于10 μg苯酚。再吸取此溶液10 mL,置于100 mL容量瓶

中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于  $1.0 \mu\text{g}$  苯酚。

### 7.1.2.3 仪器

可见分光光度计。

### 7.1.2.4 分析步骤

#### 7.1.2.4.1 标准曲线制备

吸取  $0.2.0.4.0.8.0.12.0.16.0.20.0.30.0 \text{ mL}$  苯酚标准使用液(相当于  $0.2.0.4.0.8.0.12.0.16.0.20.0.30.0 \mu\text{g}$  苯酚),分别置于  $250 \text{ mL}$  分液漏斗中,各加入无酚水至  $200 \text{ mL}$ ,各分别加入  $1 \text{ mL}$  缓冲液、 $1 \text{ mL}$  4-氨基安替吡啉溶液( $20 \text{ g/L}$ )、 $1 \text{ mL}$  铁氰化钾溶液( $80 \text{ g/L}$ ),每加入一种试剂,要充分摇匀,放置  $10 \text{ min}$ ,各加入  $10 \text{ mL}$  三氯甲烷,振摇  $2 \text{ min}$ ,静止分层后将三氯甲烷层经无水硫酸钠过滤于具塞比色管中,用  $2 \text{ cm}$  比色杯以零管调节零点,于波长  $460 \text{ nm}$  处测吸光度,绘制标准曲线。

#### 7.1.2.4.2 测定

量取  $250 \text{ mL}$  样品水浸泡混合液,置于  $500 \text{ mL}$  全磨口蒸馏瓶中,加入  $5 \text{ mL}$  硫酸铜溶液( $100 \text{ g/L}$ ),用磷酸( $1+9$ )调节  $\text{pH}$  在  $4$  以下[亦可用两滴甲基橙指示液( $1 \text{ g/L}$ )调至溶液为橙红色]加入少量玻璃珠进行蒸馏,在  $200 \text{ mL}$  或  $250 \text{ mL}$  容量瓶中预先放入  $5 \text{ mL}$  氢氧化钠溶液( $4 \text{ g/L}$ ),接收管插入氢氧化钠溶液液面下接收蒸馏液,收集馏液至  $200 \text{ mL}$ 。同时用  $250 \text{ mL}$  无酚水按上法进行蒸馏,做试剂空白试验。

将上述全部样品蒸馏液及试剂空白蒸馏液分别置于  $250 \text{ mL}$  分液漏斗中,以下按 7.1.2.4.1 自“各分别加入  $1 \text{ mL}$  缓冲液……”起,依法操作,与标准曲线比较定量。

#### 7.1.2.5 结果计算

见式(3):

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1000}{V \times 1000} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$X$ ——试样浸泡液中游离酚的含量,单位为毫克每升( $\text{mg/L}$ );

$m_1$ ——测定试样浸泡液中游离酚的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_2$ ——试剂空白中酚的含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V$ ——测定用浸泡液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )。

空罐浸泡液游离酚含量换算成  $2 \text{ mL/cm}^2$  浸泡液游离酚的含量见式(4):

$$X_1 = X \times \frac{V}{S \times 2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$X_1$ ——测定试样水浸液中换算后的游离酚含量,单位为毫克每升( $\text{mg/L}$ );

$X$ ——试样浸泡液中游离酚的含量,单位为毫克每升( $\text{mg/L}$ );

$V$ ——每个空罐模拟液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$S$ ——每个空罐内面总面积,单位为平方厘米( $\text{cm}^2$ )。

计算结果保留两位有效数字。

#### 7.1.2.6 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  $10\%$ 。

### 7.1.3 示波极谱法

适用于食品容器漆酚涂料、食品罐头内壁脱模涂料、水基改性环氧易拉罐内壁涂料、食品罐头内壁环氧酚醛涂料、食品容器及包装材料用聚碳酸酯树脂、食品容器、包装材料用聚碳酸酯成型品。最低检出限为  $0.02 \mu\text{g}$ ,取试样为  $5 \text{ mL}$  时,最低检出浓度为  $0.004 \text{ mg/L}$ 。标准曲线的线性范围为  $0.004 \text{ mg/L} \sim 0.10 \text{ mg/L}$ 。

## 7.1.3.1 原理

在加热条件下,游离苯酚与亚硝酸钠发生亚硝化反应生成亚硝基酚化合物,在滴汞电极上产生灵敏的极谱催化波,于电位 $-0.47\text{ V}$ 处,波高与苯酚的浓度在一定范围内呈良好的线性关系。试样的波高与苯酚标准曲线的波高比较而进行定量。

试样中  $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{As}^{3+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 等均干扰酚的测定。试样经蒸馏,大部分干扰物均可以消除。

共存的  $10\ 000\ \mu\text{g}$  丙酮;  $800\ \mu\text{g}$  乙醇、邻苯二甲酸酯类、乙醛;  $200\ \mu\text{g}$  甲醇、三乙醇胺、乙酸乙酯、乙酸丁酯、乙腈、二甲基甲酰胺、丙三醇;  $20\ \mu\text{g}$  甲醛、异丁醇、异戊醇;  $10\ \mu\text{g}$  双酚 A 均对苯酚测定无干扰。在该底液中,对苯二酚、苯三酚与亚硝酸钠不起波,故无干扰。

## 7.1.3.2 试剂

本法所用试剂均为分析纯。纯水不含酚,纯水的电导率( $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) $\leq 0.10\text{ mS/m}$ 。无酚蒸馏水的制备方法如下:

于水中加入氢氧化钠至 pH12 以上,进行蒸馏,在碱性溶液中酚形成酚钠不被蒸出。

7.1.3.2.1 纯汞:分析纯(滴汞电极使用)。

7.1.3.2.2 磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )溶液(1+9)。

7.1.3.2.3 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )溶液( $100\text{ g/L}$ )。

7.1.3.2.4 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )溶液( $4\text{ g/L}$ )。

7.1.3.2.5 硫代硫酸钠标准溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.025\ 0\text{ mol/L}$ ]。

7.1.3.2.6 溴酸钾 [ $c(1/6\text{KBrO}_3)=0.100\ 0\text{ mol/L}$ ]-溴化钾( $10\text{ g/L}$ )溶液:准确称取  $2.78\text{ g}$  经过干燥的溴酸钾( $\text{KBrO}_3$ ),加水溶解,置于  $1\ 000\text{ mL}$  容量瓶中,加  $10\text{ g}$  溴化钾( $\text{KBr}$ )溶解后,以水稀释至刻度。

7.1.3.2.7 盐酸( $\text{HCl}$ )。

7.1.3.2.8 碘化钾( $\text{KI}$ )。

7.1.3.2.9 淀粉指示液( $5\text{ g/L}$ ):称取  $0.5\text{ g}$  可溶性淀粉,加少量水调成糊状,然后倒入  $100\text{ mL}$  沸水中,煮沸片刻,临用时现配。

7.1.3.2.10 酚( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ )标准溶液

7.1.3.2.10.1 酚标准储备溶液( $1\text{ mg/mL}$ ):准确称取新蒸  $182\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 184\text{ }^{\circ}\text{C}$  馏程的无色苯酚约  $1\text{ g}$ ,溶于水中移入  $1\ 000\text{ mL}$  容量瓶中,加水稀释至刻度。标定后保存于冰箱中。

酚标准储备液的标定:吸取  $10.00\text{ mL}$  酚标准储备溶液,放入  $250\text{ mL}$  碘量瓶中,加入  $50\text{ mL}$  水、 $10.00\text{ mL}$  溴酸钾-溴化钾溶液,随即加  $5\text{ mL}$  盐酸,盖好瓶塞,缓缓摇动,静置  $10\text{ min}$  后加入  $1\text{ g}$  碘化钾,盖严瓶塞,摇匀。于暗处放置  $5\text{ min}$ ,用硫代硫酸钠标准溶液( $0.025\ 0\text{ mol/L}$ )滴定至淡黄色后加入  $2\text{ mL}$  淀粉指示剂,继续滴定至蓝色消失为终点。同时取  $10\text{ mL}$  水,同上步骤做空白滴定。

按式(5)计算酚标准溶液中酚的含量:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 15.68}{V} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$X$ ——酚标准溶液中酚的含量,单位为毫克每毫升( $\text{mg/mL}$ );

$V_1$ ——空白滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$V_2$ ——酚储备溶液滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升( $\text{mol/L}$ );

15.68——与  $1.00\text{ mL}$  硫代硫酸钠 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{ mol/L}$ ] 标准滴定溶液相当的酚的质量,单位为毫克( $\text{mg}$ );

$V$ ——标定用酚标准储备液体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )。

7.1.3.2.10.2 酚标准使用溶液( $0.20\ \mu\text{g/mL}$ ):临用时将酚标准储备溶液用纯水稀释成  $1.00\text{ mL}$  含  $10.0\ \mu\text{g}$  苯酚。再吸取此溶液  $5.00\text{ mL}$ ,用纯水定容至  $250\text{ mL}$ ,此溶液  $1.00\text{ mL}$  含有  $0.20\ \mu\text{g}$  苯酚。

7.1.3.2.11 亚硝酸钠溶液(2 mol/L):称取 138.0 g 亚硝酸钠( $\text{NaNO}_2$ ),加水溶解至 1 000 mL。

#### 7.1.3.3 仪器

7.1.3.3.1 示波极谱仪。

7.1.3.3.2 三电极体系:滴汞电极、饱和氯化钾甘汞电极和铂电极。

7.1.3.3.3 电热恒温水浴箱:温度为  $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.1.3.3.4 10 mL 容量瓶。

#### 7.1.3.4 分析步骤

##### 7.1.3.4.1 试样浸泡条件

食品容器漆酚涂料:蒸馏水,  $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 30 min。

食品罐头内壁脱模涂料:蒸馏水,  $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 30 min。

水基改性环氧易拉罐内壁涂料:蒸馏水,  $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 30 min。

食品罐头内壁环氧酚醛涂料:蒸馏水,  $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 30 min。

食品容器、包装材料用聚碳酸酯成型品:蒸馏水,  $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 6 h。

食品容器及包装材料用聚碳酸酯树脂:蒸馏水回流, 6 h。

以上浸泡液按接触面积每平方米加 2 mL,在容器中则加入浸泡液至  $2/3 \sim 4/5$  容积为准。

##### 7.1.3.4.2 标准曲线的制备

精密吸取 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 酚标准使用液(相当于 0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00  $\mu\text{g}$  苯酚)分别置于 10 mL 容量瓶内。加 3 mL 2 mol/L 亚硝酸钠溶液,加水至刻度,盖塞,混匀。放入  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  水浴中,即刻准确计时 60 min,取出,立即放入冷水中冷却终止反应,待温度至室温后,全部溶液移入电解池(15 mL 烧杯)中,起始电位  $-0.20\text{ V}$  进行线性扫描,读取电位  $-0.47\text{ V}$  处二阶导数的波高值。以苯酚浓度为横坐标、波高值为纵坐标,绘制成标准曲线或计算回归方程。

##### 7.1.3.4.3 测定

吸取 50 mL 试样水浸泡混合液,置于 250 mL 全磨口蒸馏瓶中,加 1 mL 硫酸铜溶液(100 g/L),用磷酸(1+9)调节 pH4 以下[两滴甲基橙指示液(1 g/L),调至溶液为橙红色],加少量玻璃珠进行蒸馏,在 50 mL 容量瓶中预先放入 1 mL 氢氧化钠溶液(4 g/L),接收管须插入氢氧化钠溶液液面下接收蒸馏液,收集馏液约 45 mL,停止蒸馏,加水至刻度,混匀。同时用 50 mL 无酚水按上法蒸馏,做试剂空白试验。

准确吸取 1.00 mL~5.00 mL 试样蒸馏液及试剂空白蒸馏液,分别置于 10 mL 容量瓶中,以下按 5.2 自“加 3 mL 2 mol/L 亚硝酸钠溶液……”起依次操作。试样波高值与标准曲线比较或代入方程求出苯酚的含量。

##### 7.1.3.4.4 注意事项

建议在通风良好的条件下进行。为了防止意外,移取汞时应在盛有水的大搪瓷盘中进行。因不慎洒落台面或地面,立即用特制的吸管或银汞捕集器收集,然后用硫磺粉清扫。

##### 7.1.3.5 结果计算

试样水浸泡液中游离酚的含量按式(6)计算:

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \times 1\,000}{V \times 1\,000} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$X$ ——试样水浸泡液中游离酚的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$m_1$ ——测定时所取试样蒸馏液中游离酚的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——测定时所取试样空白蒸馏液中游离酚的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V$ ——测定时所取试样蒸馏液的体积,单位为毫升(mL)。

空罐浸泡液游离酚含量换算成 2 mL/cm<sup>2</sup> 浸泡液游离酚含量的计算见式(7):

$$X_1 = X \times \frac{V}{S \times 2} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$X_1$ ——测定试样水浸泡液中换算后的游离酚的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$X$ ——试样浸泡液中游离酚的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$V$ ——每个空罐模拟液的体积,单位为毫升(mL);

$S$ ——每个空罐内面总面积,单位为平方厘米(cm<sup>2</sup>)。

计算结果保留两位有效数字。

### 7.1.3.6 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 10%。

## 7.2 游离甲醛

### 7.2.1 原理

甲醛与变色酸在硫酸溶液中呈紫色化合物,其颜色的深浅与甲醛含量成正比,与标准比较定量。

### 7.2.2 试剂

#### 7.2.2.1 盐酸。

#### 7.2.2.2 盐酸(1+1)。

#### 7.2.2.3 氢氧化钠溶液(4 g/L)。

#### 7.2.2.4 氢氧化钠溶液(40 g/L)。

#### 7.2.2.5 硫酸(1+35)。

#### 7.2.2.6 硫酸(1+359)。

#### 7.2.2.7 淀粉溶液(10 g/L);配制同前。

#### 7.2.2.8 碘标准滴定溶液[ $c(1/2I_2)=0.1 \text{ mol/L}$ ]。

#### 7.2.2.9 硫代硫酸钠标准滴定溶液[ $c(Na_2S_2O_3)=0.1 \text{ mol/L}$ ]。

7.2.2.10 变色酸溶液:称取 0.5 g 变色酸,溶于少许水中,移入 10 mL 容量瓶中,加水至刻度,溶解后过滤。取 5 mL 放入 100 mL 容量瓶中,慢慢加硫酸至刻度,冷却后缓缓摇匀。

7.2.2.11 甲醛标准溶液:吸取 10 mL 甲醛(38%~40%)于 500 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 硫酸(1+35),加水稀释至刻度,混匀。吸取 5 mL,置于 250 mL 碘量瓶中,加 40 mL 碘标准溶液(0.1 mol/L)、15 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L),摇匀,放置 10 min,加 3 mL 盐酸(1+1)[或 20 mL 硫酸(1+35)]酸化,再放置 10 min~15 min,加入 100 mL 水,摇匀,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定至草黄色,加入 1 mL 淀粉指示液继续滴定至蓝色消失为终点,同时做试剂空白试验。

甲醛标准溶液的浓度按式(8)计算:

$$c_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 15}{5} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$c_1$ ——甲醛标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_1$ ——试剂空白滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——试样滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

15——与 1.0 mL 碘标准滴定溶液[ $c(1/2I_2)=1.000 \text{ mol/L}$ ]相当的甲醛质量,单位为毫克(mg);

5——标定用甲醛标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

7.2.2.12 甲醛标准使用液:根据上述计算的含量,将甲醛标准溶液稀释至每毫升相当于 1.0 μg 甲醛。

### 7.2.3 仪器

可见分光光度计。

### 7.2.4 分析步骤

#### 7.2.4.1 标准曲线制备

吸取 0、2.0、4.0、8.0、12.0、16.0、20.0、30.0 mL 甲醛标准使用液(相当于 0、2.0、4.0、8.0、12.0、16.0、20.0、30.0 μg 甲醛),分别置于 200 mL 容量瓶中各加水至刻度,摇匀。各吸取 10 mL,分别放入 25 mL 具塞比色管中,各加入 10 mL 变色酸溶液,显色,待冷却至室温,用 2 cm 比色杯,以零管调节零点,于波长 575 nm 处测吸光度,绘制标准曲线。

#### 7.2.4.2 测定

量取 250 mL 水浸泡混合液,置于 500 mL 全磨口蒸馏瓶中,加入 5 mL 硫酸(1+35),加少量瓷珠进行蒸馏,在 200 mL 或 250 mL 容量瓶中预先加入 5 mL 硫酸(1+35)为接收瓶,接收管插入硫酸液面下接收蒸馏液,收集馏出液至 200 mL。同时用 250 mL 水按上法进行蒸馏,做试剂空白试验。如果浸泡液澄清可不需要蒸馏。

吸取上述 10 mL 样品蒸馏液及试剂空白蒸馏液于 25 mL 具塞比色管中,各加入 10 mL 变色酸溶液显色,冷却到室温,按 7.2.4.1 进行比色。

#### 7.2.4.3 结果计算

见式(9):

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1\,000}{250 \times 1\,000} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

X——试样水浸泡液中甲醛的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$m_1$ ——测定用试样浸泡液甲醛的质量,单位为微克(μg);

$m_2$ ——试剂空白中甲醛的质量,单位为微克(μg);

250——蒸馏用浸泡液体积,单位为毫升(mL)。

空罐浸泡液甲醛含量换成 2 mL/cm<sup>2</sup>浸泡液甲醛含量同 7.1.2.5。

计算结果保留三位有效数字。

#### 7.2.4.4 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 10%。

### 7.3 高锰酸钾消耗量

按 GB/T 5009.60 操作。

### 7.4 蒸发残渣

#### 7.4.1 分析步骤

取各种浸泡液 200 mL,分别置于预先在 105℃~110℃干燥至恒量的蒸发皿或浓缩瓶中,在沸水浴上蒸干后移至 105℃恒温烘箱干燥 2 h,取出,置干燥器冷却后称量,同时取 200 mL 试剂浸泡液做一试剂空白试验。

#### 7.4.2 结果计算

见式(10):

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1\,000}{V} \times 1\,000 \dots\dots\dots (10)$$

式中:

X——试样浸泡液的蒸发残渣,单位为毫克每升(mg/L);

$m_1$ ——测定用试样浸泡液蒸发残渣质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试剂空白溶液蒸发残渣质量,单位为克(g);

$V$ ——测定用试样浸泡液的体积,单位为毫升(mL)。

空罐浸泡液蒸发残渣换算同 7.1.2.5。

计算结果保留三位有效数字。

#### 7.4.3 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 10%。

---

**M** **MACY** 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

**M** **MACY** 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL: 010-68523946

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

食品罐头内壁环氧酚醛涂料  
卫生标准的分析方法

GB/T 5009.69—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字  
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-34492 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.69-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.88—2008  
代替 GB/T 5009.88—2003

## 食品中膳食纤维的测定

Determination of dietary fiber in foods

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

食品中膳食纤维的测定

GB/T 5009.88—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字

2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36200 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

## 前 言

本标准第一法对应于美国官方分析化学师协会 AOAC 991.43《食品中总的、可溶性及不溶性膳食纤维的酶重量测定法》(2000 年第 17 版),一致性程度为修改采用。

本标准第一法与 AOAC 991.43 相比主要修改如下:

——修改了在加入淀粉葡萄糖苷酶前用 0.561 mol/L 盐酸(HCl)调 pH 值,将调 pH 值用的酸改为 3 mol/L 乙酸(HAC);

——修改了调 pH 值为 4.5 时,将 pH 计改用以 0.4 g/L 溴甲酚绿为外指示剂。

本标准代替 GB/T 5009.88—2003《食品中不溶性膳食纤维的测定》。

本标准与 GB/T 5009.88—2003 相比主要修改如下:

——增加了食品中总的、可溶性和不溶性膳食纤维的测定。

本标准附录 A 为规范性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准总的、可溶性和不溶性膳食纤维的测定方法起草单位:中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、北京市营养源研究所、北京市疾病预防控制中心营养与食品卫生所、四川大学华西公共卫生学院、北京出入境检验检疫局食品安全检测中心、山西省农科院农产品综合利用研究所、新疆医科大学公共卫生学院;不溶性膳食纤维的测定方法由中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草。

本标准总的、可溶性和不溶性膳食纤维的测定方法主要起草人:杨月欣、杨晓莉、唐华澄、刘泰然、阴文娅、王莉莉、栗红瑜、于亚鹭、薛颖、边立华;不溶性膳食纤维的测定方法主要起草人:赵忠林、王光亚、杨晓莉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 12394—1990、GB/T 5009.88—2003。

## 食品中膳食纤维的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中总的、可溶性和不溶性膳食纤维的测定方法和植物性食品中不溶性膳食纤维的测定方法。

本标准适用于植物类食品及其制品中总的、可溶性和不溶性膳食纤维的测定及各类植物性食品和含有植物性食品的混合食品中不溶性膳食纤维的测定。

总的、可溶性和不溶性膳食纤维的测定及不溶性膳食纤维的测定方法的检出限均为 0.1 mg。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.4 食品中灰分的测定

GB/T 5009.5 食品中蛋白质的测定

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

**膳食纤维 dietary fiber**

植物的可食部分,不能被人体小肠消化吸收,对人体有健康意义,聚合度(degree of polymerization)  $\geq 3$  的碳水化合物和木质素,包括纤维素、半纤维素、果胶、菊粉等。

### 4 总的、可溶性和不溶性膳食纤维的测定

#### 4.1 原理

取干燥试样,经  $\alpha$ -淀粉酶、蛋白酶和葡萄糖苷酶酶解消化,去除蛋白质和淀粉,酶解后样液用乙醇沉淀、过滤,残渣用乙醇和丙酮洗涤,干燥后物质称重即为总膳食纤维(total dietary fiber, TDF)残渣;另取试样经上述三种酶酶解后直接过滤,残渣用热水洗涤,经干燥后称重,即得不溶性膳食纤维(insoluble dietary fiber, IDF)残渣;滤液用 4 倍体积的 95%乙醇沉淀、过滤、干燥后称重,得可溶性膳食纤维(soluble dietary fiber, SDF)残渣。以上所得残渣干燥称重后,分别测定蛋白质和灰分。总膳食纤维(TDF)、不溶性膳食纤维(IDF)和可溶性膳食纤维(SDF)的残渣扣除蛋白质、灰分和空白即可计算出试样中总的、不溶性和可溶性膳食纤维的含量。

本方法测定的总膳食纤维(total dietary fiber)是指不能被  $\alpha$ -淀粉酶、蛋白酶和葡萄糖苷酶酶解消化的碳水化合物聚合物,包括纤维素、半纤维素、木质素、果胶、部分回生淀粉、果聚糖及美拉德反应产物等;一些小分子(聚合度 3~12)的可溶性膳食纤维,如低聚果糖、低聚半乳糖、多聚葡萄糖(polydextrose)、抗性麦芽糊精和抗性淀粉等,由于能部分或全部溶解在乙醇溶液中,本方法不能够准确测量。

#### 4.2 试剂和材料

除特殊说明外,本标准中实验室用水为二级水,电导率(25℃)  $\leq 0.10$  mS/m,试剂为分析纯。

##### 4.2.1 95%乙醇( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ):分析纯。

##### 4.2.1.1 85%乙醇溶液( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ):取 895 mL 95%乙醇置 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

- 4.2.1.2 78%乙醇溶液( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ):取 821 mL 95%乙醇置 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 4.2.2 热稳定  $\alpha$ -淀粉酶溶液:于 0℃~5℃冰箱储存,酶的活性测定及判定标准见附录 A。
- 4.2.3 蛋白酶:用 MES-TRIS 缓冲液(4.2.9)配成浓度为 50 mg/mL 的蛋白酶溶液,现用现配,于 0℃~5℃储存。
- 4.2.4 淀粉葡萄糖苷酶溶液:于 0℃~5℃储存。
- 4.2.5 酸洗硅藻土:取 200 g 硅藻土于 600 mL 的 2 mol/L 盐酸中,浸泡过夜,过滤,用蒸馏水洗至滤液为中性,置于 525℃ $\pm$ 5℃马福炉中灼烧灰分后备用。
- 4.2.6 重铬酸钾洗液:100 g 重铬酸钾( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ),用 200 mL 蒸馏水溶解,加入 1 800 mL 浓硫酸混合。
- 4.2.7 MES:2-(N-吗啉代)乙烷磺酸( $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_4\text{S} \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.2.8 TRIS:三羟甲基氨基甲烷( $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_3$ )。
- 4.2.9 0.05 mol/L MES-TRIS 缓冲液:称取 19.52 g MES 和 12.2 g TRIS,用 1.7 L 蒸馏水溶解,用 6 mol/L 氢氧化钠调 pH 至 8.2,加水稀释至 2 L。

注:一定要根据温度调 pH,24℃时调 pH 为 8.2;20℃时调 pH 为 8.3;28℃时调 pH 为 8.1;20℃和 28℃之间的偏差,用内插法校正。

- 4.2.10 3 mol/L 乙酸(HAC)溶液:取 172 mL 乙酸,加入 700 mL 水,混匀后用水定容至 1 L。
- 4.2.11 0.4 g/L 溴甲酚绿( $\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{O}_5\text{Br}_4\text{S}$ )溶液:称取 0.1 g 溴甲酚绿于研钵中,加 1.4 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠研磨,加少许水继续研磨,直至完全溶解,用水稀释至 250 mL。
- 4.2.12 石油醚:沸程 30℃~60℃。
- 4.2.13 丙酮( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ )。

### 4.3 仪器

- 4.3.1 高型无导流口烧杯:400 mL 或 600 mL。
- 4.3.2 坩埚:具粗面烧结玻璃板,孔径 40  $\mu\text{m}$ ~60  $\mu\text{m}$ (国产型号为 G2 坩埚)。坩埚预处理:坩埚在马福炉中 525℃灰化 6 h,炉温降至 130℃以下取出,于洗液中室温浸泡 2 h,分别用水和蒸馏水冲洗干净,最后用 15 mL 丙酮冲洗后风干。加入约 1.0 g 硅藻土,130℃烘至恒重。取出坩埚,在干燥器中冷却约 1 h,称重,记录坩埚加硅藻土质量,精确到 0.1 mg。
- 4.3.3 真空装置:真空泵或有调节装置的抽吸器。
- 4.3.4 振荡水浴:有自动“计时-停止”功能的计时器,控温范围 60℃ $\pm$ 2℃~98℃ $\pm$ 2℃。
- 4.3.5 分析天平:灵敏度为 0.1 mg。
- 4.3.6 马福炉:能控温 525℃ $\pm$ 5℃。
- 4.3.7 烘箱:105℃,130℃ $\pm$ 3℃。
- 4.3.8 干燥器:二氧化硅或同等的干燥剂。干燥剂每两周 130℃烘干过夜一次。
- 4.3.9 pH 计:具有温度补偿功能,用 pH4.0、7.0 和 10.0 标准缓冲液校正。

### 4.4 分析步骤

#### 4.4.1 样品制备

样品处理时若脂肪含量未知,膳食纤维测定前应先脱脂,脱脂步骤见 4.4.1.3。

- 4.4.1.1 将样品混匀后,70℃真空干燥过夜,然后置干燥器中冷却,干样粉碎后过 0.3 mm~0.5 mm 筛。
- 4.4.1.2 若样品不能受热,则采取冷冻干燥后再粉碎过筛。
- 4.4.1.3 若样品中脂肪含量>10%,正常的粉碎困难,可用石油醚脱脂,每次每克试样用 25 mL 石油醚,连续 3 次,然后再干燥粉碎。要记录由石油醚造成的试样损失,最后在计算膳食纤维含量时进行校正。

4.4.1.4 若样品糖含量高,测定前要先进行脱糖处理。按每克试样加 85%乙醇 10 mL 处理样品 2 次~3 次,40 °C 下干燥过夜。

粉碎过筛后的干样存放于干燥器中待测。

#### 4.4.2 试样酶解

每次分析试样要同时做 2 个试剂空白。

4.4.2.1 准确称取双份样品( $m_1$  和  $m_2$ )  $1.000\ 0\ g \pm 0.002\ 0\ g$ , 把称好的试样置于 400 mL 或 600 mL 高脚烧杯中,加入 pH 8.2 的 MES-TRIS 缓冲液 40 mL,用磁力搅拌直至试样完全分散在缓冲液中(避免形成团块,试样和酶不能充分接触)。

4.4.2.2 热稳定  $\alpha$ -淀粉酶酶解:加 50  $\mu$ L 热稳定  $\alpha$ -淀粉酶溶液缓慢搅拌,然后用铝箔将烧杯盖住,置于 95 °C~100 °C 的恒温振荡水浴中持续振摇,当温度升至 95 °C 开始计时,通常总反应时间 35 min。

4.4.2.3 冷却:将烧杯从水浴中移出,冷却至 60 °C,打开铝箔盖,用刮勺将烧杯内壁的环状物以及烧杯底部的胶状物刮下,用 10 mL 蒸馏水冲洗烧杯壁和刮勺。

4.4.2.4 蛋白酶酶解:在每个烧杯中各加入(50 mg/mL)蛋白酶溶液 100  $\mu$ L,盖上铝箔,继续水浴振摇,水温达 60 °C 时开始计时,在 60 °C  $\pm$  1 °C 条件下反应 30 min。

4.4.2.5 pH 值测定:30 min 后,打开铝箔盖,边搅拌边加入 3 mol/L 乙酸溶液 5 mL。溶液 60 °C 时,调 pH 约 4.5(以 0.4 g/L 溴甲酚绿为外指示剂)。

注:一定要在 60 °C 时调 pH,温度低于 60 °C pH 升高。每次都要检测空白的 pH,若所测值超出要求范围,同时也要检查酶解液的 pH 是否合适。

4.4.2.6 淀粉葡萄糖苷酶酶解:边搅拌边加入 100  $\mu$ L 淀粉葡萄糖苷酶溶液,盖上铝箔,持续振摇,水温到 60 °C 时开始计时,在 60 °C  $\pm$  1 °C 条件下反应 30 min。

#### 4.4.3 测定

##### 4.4.3.1 总膳食纤维的测定

4.4.3.1.1 沉淀:在每份试样中,加入预热至 60 °C 的 95%乙醇 225 mL(预热以后的体积),乙醇与样液的体积比为 4:1,取出烧杯,盖上铝箔,室温下沉淀 1 h。

4.4.3.1.2 过滤:用 78%乙醇 15 mL 将称重过的坩埚中的硅藻土润湿并铺平,抽滤去除乙醇溶液,使坩埚中硅藻土在烧结玻璃滤板上形成平面。乙醇沉淀处理后的样品酶解液倒入坩埚中过滤,用刮勺和 78%乙醇将所有残渣转至坩埚中。

4.4.3.1.3 洗涤:分别用 78%乙醇、95%乙醇和丙酮 15 mL 洗涤残渣各 2 次,抽滤去除洗涤液后,将坩埚连同残渣在 105 °C 烘干过夜。将坩埚置干燥器中冷却 1 h,称重(包括坩埚、膳食纤维残渣和硅藻土),精确至 0.1 mg。减去坩埚和硅藻土的干重,计算残渣质量。

4.4.3.1.4 蛋白质和灰分的测定:称重后的试样残渣,分别按 GB/T 5009.5 的规定测定氮(N),以  $N \times 6.25$  为换算系数,计算蛋白质质量;按 GB/T 5009.4 测定灰分,即在 525 °C 灰化 5 h,于干燥器中冷却,精确称量坩埚总质量(精确至 0.1 mg),减去坩埚和硅藻土质量,计算灰分质量。

##### 4.4.3.2 不溶性膳食纤维测定

4.4.3.2.1 按 4.4.2.1 称取试样,按 4.4.2 进行酶解,将酶解液转移至坩埚中过滤。过滤前用 3 mL 水润湿硅藻土并铺平,抽去水分使坩埚中的硅藻土在烧结玻璃滤板上形成平面。

4.4.3.2.2 过滤洗涤:试样酶解液全部转移至坩埚中过滤,残渣用 70 °C 热蒸馏水 10 mL 洗涤 2 次,合并滤液,转移至另一 600 mL 高脚烧杯中,备测可溶性膳食纤维(见 4.4.3.3)。残渣分别用 78%乙醇、95%乙醇和丙酮 15 mL 各洗涤 2 次,抽滤去除洗涤液,并按 4.4.3.1.3 洗涤干燥称重,记录残渣质量。

4.4.3.2.3 按 4.4.3.1.4 测定蛋白质和灰分。

##### 4.4.3.3 可溶性膳食纤维测定

4.4.3.3.1 计算滤液体积:将不溶性膳食纤维过滤后的滤液收集到 600 mL 高型烧杯中,通过称“烧杯+滤液”总质量、扣除烧杯质量的方法估算滤液的体积。

4.4.3.3.2 沉淀:滤液加入4倍体积预热至60℃的95%乙醇,室温下沉淀1h。以下测定按总膳食纤维步骤4.4.3.1.2至4.4.3.1.4进行。

#### 4.5 结果计算

空白的质量按式(1)计算:

$$m_B = \frac{m_{BR_1} + m_{BR_2}}{2} - m_{P_B} - m_{A_B} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_B$ ——空白的质量,单位为毫克(mg);

$m_{BR_1}$ 和 $m_{BR_2}$ ——双份空白测定的残渣质量,单位为毫克(mg);

$m_{P_B}$ ——残渣中蛋白质质量,单位为毫克(mg);

$m_{A_B}$ ——残渣中灰分质量,单位为毫克(mg)。

膳食纤维的含量按式(2)计算:

$$X = \frac{[(m_{R_1} + m_{R_2})/2] - m_P - m_A - m_B}{(m_1 + m_2)/2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$X$ ——膳食纤维的含量,单位为克每百克(g/100 g);

$m_{R_1}$ 和 $m_{R_2}$ ——双份试样残渣的质量,单位为毫克(mg);

$m_P$ ——试样残渣中蛋白质的质量,单位为毫克(mg);

$m_A$ ——试样残渣中灰分的质量,单位为毫克(mg);

$m_B$ ——空白的质量,单位为毫克(mg);

$m_1$ 和 $m_2$ ——试样的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果保留到小数点后两位。

总膳食纤维(TDF)、不溶性膳食纤维(IDF)、可溶性膳食纤维(SDF)均用式(2)计算。

#### 4.6 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10%。

### 5 不溶性膳食纤维的测定

#### 5.1 原理

在中性洗涤剂的消化作用下,试样中的糖、淀粉、蛋白质、果胶等物质被溶解除去,不能消化的残渣为不溶性膳食纤维,主要包括纤维素、半纤维素、木质素、角质和二氧化硅等,还包括不溶性灰分。

#### 5.2 试剂

5.2.1 无水硫酸钠。

5.2.2 石油醚:沸程30℃~60℃。

5.2.3 丙酮。

5.2.4 甲苯。

5.2.5 中性洗涤剂溶液:将18.61g EDTA二钠盐和6.81g 四硼酸钠(含10H<sub>2</sub>O)置于烧杯中,加水约150 mL,加热使之溶解,将30g 月桂基硫酸钠(化学纯)和10 mL 乙二醇独乙醚(化学纯)溶于约700 mL 热水中,合并上述两种溶液,再将4.56g 无水磷酸氢二钠溶于150 mL 热水中,再并入上述溶液中,用磷酸调节上述混合液至pH6.9~7.1,最后加水至1 000 mL。

5.2.6 磷酸盐缓冲液:由38.7 mL 0.1 mol/L 磷酸氢二钠和61.3 mL 0.1 mol/L 磷酸二氢钠混合而成,pH为7.0。

5.2.7 2.5%  $\alpha$ -淀粉酶溶液:称取 2.5 g  $\alpha$ -淀粉酶(美国 Sigma 公司,VI-A 型,产品号 6880<sup>1)</sup>)溶于 100 mL pH 值 7.0 的磷酸盐缓冲溶液中,离心、过滤,滤过的酶液备用。

5.2.8 耐热玻璃棉(耐热 130 °C,美国 Corning 玻璃厂出品,PYREX 牌<sup>1)</sup>)。其他牌号也可,但要耐热并不断折断的玻璃棉)。

### 5.3 仪器

5.3.1 实验室常用设备。

5.3.2 烘箱:110 °C~130 °C。

5.3.3 恒温箱:37 °C $\pm$ 2 °C。

5.3.4 纤维测定仪。

5.3.5 如没有纤维测定仪,可由下列部件组成。

5.3.5.1 电热板:带控温装置。

5.3.5.2 高型无嘴烧杯:600 mL。

5.3.5.3 坩埚式耐热玻璃滤器:容量 60 mL,孔径 40  $\mu$ m~6  $\mu$ m。

5.3.5.4 回流冷凝装置。

5.3.5.5 抽滤装置:由抽滤瓶、抽滤垫及水泵组成。

### 5.4 分析步骤

#### 5.4.1 试样的处理

5.4.1.1 粮食:试样用水洗 3 次,置 60 °C 烘箱中烘去表面水分,磨粉,过 20 目~30 目筛(1 mm),储于塑料瓶内,放一小包樟脑精,盖紧瓶塞保存,备用。

5.4.1.2 蔬菜及其他植物性食品:取其可食部分,用水冲洗 3 次后,用纱布吸去水滴,切碎,取混合均匀的样品于 60 °C 烘干,称量并计算水分含量,磨粉;过 20 目~30 目筛,备用。或鲜试样用纱布吸取水滴,打碎、混合均匀后备用。

#### 5.4.2 测定

5.4.2.1 准确称取试样 0.5 g~1.00 g,置高型无嘴烧杯中,若试样脂肪含量超过 10%,需先去除脂肪,例如 1.00 g 试样,用石油醚(30 °C~60 °C)提取 3 次,每次 10 mL。

5.4.2.2 加 100 mL 中性洗涤剂溶液,再加 0.5 g 无水亚硫酸钠。

5.4.2.3 电炉加热,5 min~10 min 内使其煮沸,移至电热板上,保持微沸 1 h。

5.4.2.4 于耐热玻璃滤器中,铺 1 g~3 g 玻璃棉,移至烘箱内,110 °C 烘 4 h,取出置干燥器中冷至室温,称量,得  $m_1$ (准确至小数点后四位)。

5.4.2.5 将煮沸后试样趁热倒入滤器,用水泵抽滤。用 500 mL 热水(90 °C~100 °C),分数次洗烧杯及滤器,抽滤至干。洗净滤器下部的液体和泡沫,塞上橡皮塞。

5.4.2.6 于滤器中加酶液体,液面需覆盖纤维,用细针挤压掉其中气泡,加数滴甲苯,上盖表玻皿,37 °C 恒温箱中过夜。

5.4.2.7 取出滤器,除去底部塞子,抽滤去酶液,并用 300 mL 热水分数次洗去残留酶液,用碘液检查是否有淀粉残留,如有残留,继续加酶水解,如淀粉已除尽,抽干,再以丙酮洗 2 次。

5.4.2.8 将滤器置烘箱中,110 °C 烘 4 h,取出,置干燥器中,冷至室温,称量,得  $m_2$ (准确至小数点后四位)。

### 5.5 结果计算

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。

式中:

$X$ ——试样中不溶性膳食纤维的含量, %;

$m_2$ ——滤器加玻璃棉及试样中纤维的质量, 单位为克(g);

$m_1$ ——滤器加玻璃棉的质量, 单位为克(g);

$m$ ——样品的质量, 单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

#### 5.6 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 10%。



## 附录 A

## (规范性附录)

## 淀粉酶、蛋白酶、淀粉葡萄糖苷酶的活性要求、测定方法及判定标准

## A.1 活性要求及测定方法

## A.1.1 酶活性测定

## A.1.1.1 淀粉酶活性测定

淀粉为底物,以 *Nelson/Somogyi* 还原糖测试淀粉酶活性(U/mL):10 000+1 000(1 个酶活力单位定义为:40 ℃,pH6.5 时,每分钟释放 1 μmol 还原糖所需要的酶量)。

以对硝基苯基麦芽糖为底物测试淀粉酶活性(Ceralpha)(U/mL):3 000+300(1 个酶活力单位定义为:40 ℃,pH6.5 时,每分钟释放 1 μmol 对硝基苯基所需要的酶量)。

## A.1.1.2 蛋白酶活性测定

酪蛋白测试蛋白酶活性:300 U/mL~400 U/mL[1 个酶活力单位定义为:40 ℃,pH8.0 时,每分钟从可溶性酪蛋白中水解出(并溶于三氯乙酸)1 μmol 酪氨酸所需要的酶量];或 7 U/mg~15 U/mg[1 个酶活力单位定义为:37 ℃,pH7.5 时,每分钟从酪蛋白中水解得到一定量的酪氨酸(相当于 1.0 μmol 酪氨酸在显色反应中所引起的颜色变化,显色用 Folin-Ciocalteu 试剂)时所需要的酶量]。

偶氮-酪蛋白测试蛋白酶活性(U/mL):300~400[1 内肽酶活力单位定义为:40 ℃,pH8.0 时,每分钟从可溶性酪蛋白中水解出(并溶于三氯乙酸)1 μmol 酪氨酸所需要的酶量]。

## A.1.1.3 淀粉葡萄糖苷酶活性测定

淀粉/葡萄糖氧化酶-过氧化物酶法测试淀粉葡萄糖苷酶活性(U/mL):2 000~3 300[1 个酶活力单位定义为:40 ℃,pH4.5 时,每分钟释放 1 μmol 葡萄糖所需要的酶量]。

对-硝基苯基-β-麦芽糖苷(PNPBM)法测试淀粉葡萄糖苷酶活性(U/mL):130~200[1 个酶活力单位定义(1 PNP 单位)为:40 ℃时,有过量的 β-葡萄糖苷酶存在下,每分钟从对-硝基苯基-β-麦芽糖苷释放 1 μmol 对-硝基苯基所需要的酶量]。

## A.1.2 干扰酶

市售热稳定 α-淀粉酶、蛋白酶一般不易受到其他酶的干扰,蛋白酶制备时可能会混入极低含量的 β-葡聚糖酶,但不会影响总膳食纤维测定。本法中淀粉葡萄糖苷酶易受污染,是活性易受干扰的酶。淀粉葡萄糖苷酶的主要污染物为内纤维素酶,能够导致燕麦或大麦中 β-葡聚糖内部混合键解聚。淀粉葡萄糖苷酶是否受内纤维素酶的污染很容易检测。

## A.2 判定标准

当酶的生产批次改变或最长使用间隔超过 6 个月时,应按表 A.1 所列标准物进行校准,以确保所使用的酶达到预期的活性,不受其他酶的干扰。

表 A.1 酶活性测定标准

| 标准     | 测试活性   | 标准质量/g  | 预期回收率/% |
|--------|--------|---------|---------|
| 柑橘果胶   | 果胶酶    | 0.1~0.2 | 95~100  |
| 阿拉伯半乳糖 | 半纤维素酶  | 0.1~0.2 | 95~100  |
| β-葡聚糖  | β-葡聚糖酶 | 0.1~0.2 | 95~100  |

表 A.1 (续)

| 标准   | 测试活性                  | 标准质量/g | 预期回收率/% |
|------|-----------------------|--------|---------|
| 小麦淀粉 | $\alpha$ -淀粉酶+淀粉葡萄糖苷酶 | 1.0    | 0~1     |
| 玉米淀粉 | $\alpha$ -淀粉酶+淀粉葡萄糖苷酶 | 1.0    | 0~1     |
| 酪蛋白  | 蛋白酶                   | 0.3    | 0~1     |

**M** **MACY** 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



GB/T 5009.88-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-36200

定价: 14.00 元



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.118—2008  
代替 GB/T 5009.118—2003

## 谷物中 T-2 毒素的测定

Determination of T-2 toxin in cereals

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-11-21 发布

2009-03-01 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

本标准代替 GB/T 5009.118—2003《小麦中 T-2 毒素的酶联免疫吸附测定(ELISA)》。

本标准与 GB/T 5009.118—2003 相比主要修改如下：

——修改了标准的中文名称，标准的中文名称改为“谷物中 T-2 毒素的测定”；

——增加了高效液相色谱法作为第一法。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准负责起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准参加起草单位：北京中检维康技术有限公司。

本标准主要起草人：隋凯、李军、卫锋、肖珊珊、杨春光、戚应春、阳传和、罗雪云、计融。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14933—1994、GB/T 5009.118—2003。

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 谷物中 T-2 毒素的测定

### 1 范围

本标准规定了谷物中 T-2 毒素的测定方法。

本标准适用于谷物及其制品中 T-2 毒素的测定。

本标准的第一法检出限为 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 第二法和第三法的检出限为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 第一法 高效液相色谱测定法

### 2 原理

试样中的 T-2 毒素用甲醇-水提取后, 提取液经免疫亲和柱净化, 浓缩、衍生、定容后, 用配有荧光检测器的液相色谱仪进行测定, 外标法定量。

### 3 试剂和材料

除另有规定外, 所用试剂均为分析纯, 水为蒸馏水或相当纯度的去离子水。

- 3.1 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ): HPLC 级。
- 3.2 乙腈( $\text{CH}_3\text{CN}$ ): HPLC 级。
- 3.3 甲苯( $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$ ): HPLC 级。
- 3.4 甲醇-水(8+2): 取 80 mL 甲醇, 加 20 mL 水。
- 3.5 4-二甲基氨基吡啶(DMAP)溶液: 准确称取 0.032 5 g 于 100 mL 容量瓶中, 用甲苯稀释至刻度。
- 3.6 1-氰酸蒽(1-anthroylnitrile, 1-AN)溶液: 准确称取 0.030 0 g 于 100 mL 容量瓶中, 用甲苯稀释至刻度。
- 3.7 T-2 毒素(T-2 toxin)标准品: 纯度 $\geq 98\%$ 。
- 3.8 T-2 毒素标准溶液: 准确称取适量的 T-2 毒素标准品, 用乙腈配成浓度为 0.5 mg/mL 的标准储备液,  $-20\text{ }^\circ\text{C}$  冰箱中避光保存。使用前用乙腈稀释成适当浓度的标准工作液。
- 3.9 T-2 毒素免疫亲和柱。
- 3.10 玻璃纤维滤纸。

### 4 仪器和设备

- 4.1 液相色谱仪配有荧光检测器。
- 4.2 粉碎机。
- 4.3 高速均质器。
- 4.4 氮吹仪。
- 4.5 离心机。
- 4.6 涡旋混合仪。
- 4.7 空气压力泵。
- 4.8 玻璃注射器: 20 mL。
- 4.9 天平: 感量 0.000 1 g。

## 5 分析步骤

### 5.1 提取

称取试样 50 g(精确到 0.01 g)于 500 mL 玻璃混合杯中,加入 100 mL 甲醇-水(8+2),高速均质 2 min 后,3 000 r/min 离心 5 min,上清液经定量滤纸过滤,移取 10.0 mL 滤液并加入 40.0 mL 水稀释混匀,以玻璃纤维滤纸过滤,至滤液澄清后,进行免疫亲和柱净化操作。

### 5.2 净化

将免疫亲和柱连接于 20 mL 玻璃注射器下。准确移取 10.0 mL(相当于 1.0 g 样品<sup>1)</sup>)的 5.1 提取滤液注入玻璃注射器中,将空气压力泵与玻璃注射器连接,调节压力使溶液以 1 mL/min 流速缓慢通过免疫亲和柱,直至有部分空气通过柱体。以 10 mL 水淋洗柱子 1 次,弃去全部流出液,并使部分空气通过柱体。加入 1.5 mL 甲醇(3.1)洗脱,流速为 1 mL/min,收集洗脱液于玻璃试管中,50 ℃ 以下氮气吹干,待衍生。

### 5.3 衍生

于 5.2 净化后的样品中,分别加入 50 μL 4-二甲基氨基吡啶(DMAP)溶液和 50 μL 1-氰酸萘(1-AN)溶液,涡旋混合 1 min,于 50 ℃ ± 2 ℃ 恒温水浴中反应 15 min,在冰水中冷却 10 min。50 ℃ 以下氮气吹干后。用 1.0 mL 的流动相[5.4.1b)]溶解,供液相色谱测定。

### 5.4 测定

#### 5.4.1 液相色谱条件

- 色谱柱: C<sub>18</sub> 柱, 4.6 × 150 mm(内径), 粒度 5 μm, 或相当者;
- 流动相: 乙腈-水(80+20);
- 流速: 1.0 mL/min;
- 检测波长: 激发波长 381 nm, 发射波长 470 nm;
- 进样量: 20 μL;
- 柱温: 室温。

#### 5.4.2 色谱测定

根据样液中 T-2 毒素衍生物含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中 T-2 毒素衍生物响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作溶液和样液等体积参插进样进行测试。在上述色谱条件下,T-2 毒素衍生物的保留时间约为 9.8 min。T-2 毒素衍生物的标准色谱图见图 1。

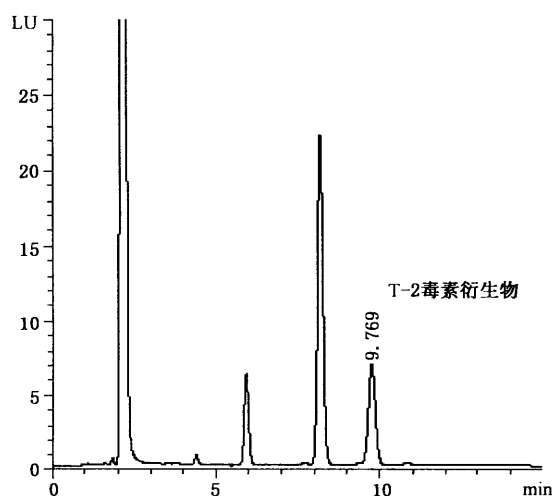


图 1 T-2 毒素衍生物的标准色谱图

- 对于玉米赤霉烯酮含量较高的样品,可将提取滤液进行适当稀释,以保证玉米赤霉烯酮的含量不超过免疫亲和柱的最大毒素负荷量。

### 5.5 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

### 5.6 结果计算

用外标法按式(1)计算试样中 T-2 毒素衍生物的含量,计算结果需将空白值扣除:

$$X = \frac{1\,000 \times (A - A_0) \times c \times V}{1\,000 \times A_s \times m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——试样中 T-2 毒素衍生物的含量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );

$A$ ——样液中 T-2 毒素衍生物的峰面积;

$A_0$ ——空白样液中 T-2 毒素衍生物的峰面积;

$c$ ——标准工作溶液中 T-2 毒素衍生物的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$V$ ——样液最终定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$A_s$ ——标准工作溶液中 T-2 毒素衍生物的峰面积;

$m$ ——最终样液所代表的试样量,单位为克( $\text{g}$ )。

## 6 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%。

## 第二法 间接法

### 7 原理

将已知抗原吸附在固相载体表面,洗除未吸附抗原,加入一定量抗体与待测试样(含有抗原)提取液的混合液,竞争温育后,在固相载体表面形成抗原-抗体复合物。洗除多余抗体成分,然后加入酶标记的抗球蛋白的第二抗体结合物,与吸附在固体表面的抗原-抗体复合物相结合,再加入酶的底物。在酶的催化作用下,底物发生降解反应,产生有色产物,通过酶标检测仪,测出酶底物的降解量,从而推知被测试样中的抗原量。

### 8 试剂

8.1 甲醇。

8.2 石油醚。

8.3 三氯甲烷。

8.4 无水乙醇。

8.5 乙酸乙酯。

8.6 二甲基甲酰胺。

8.7 四甲基联苯胺(TMB)。

8.8 吐温-20。

8.9 30%过氧化氢(30% $\text{H}_2\text{O}_2$ )。

8.10 抗体:杂交瘤细胞系 1D7 产生的抗 T-2 毒素的特异性单克隆抗体。

8.11 抗原:T-2 毒素与载体蛋白-牛血清白蛋白(BSA)的结合物。

8.12 兔抗鼠免疫球蛋白与辣根过氧化酶的结合物(酶标二抗)。

8.13 ELISA 缓冲液系统。

8.13.1 包被缓冲液为 pH9.6 的碳酸盐缓冲液,称取 1.59 g 碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )、2.93 g 碳酸氢钠( $\text{NaHCO}_3$ ),加水稀释至 1 000 mL。

8.13.2 洗液为含 0.05%吐温-20 的 pH7.4 的磷酸盐缓冲液(简称为 PBS-T)。配制方法为:

称取 0.2 g 磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )、2.9 g 磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )、8.0 g 氯化钠( $\text{NaCl}$ )、0.2 g 氯化钾( $\text{KCl}$ )、0.5 mL 吐温-20,加水至 1 000 mL。

8.13.3 底物缓冲液为 pH5.0 的磷酸-柠檬酸缓冲液,配制方法为:

0.1 mol/L 柠檬酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ),即称取柠檬酸 19.2 g,加水至 1 000 mL,为甲液;

0.2 mol/L 磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ),即称取磷酸氢二钠 71.7 g,加水至 1 000 mL,为乙液;

取甲液 24.3 mL,乙液 25.7 mL,加水至 100 mL,即可。

8.13.4 底物溶液:取 50  $\mu\text{L}$  TMB(10 mg TMB 溶于 1 mL 二甲基甲酰胺中)溶液+10 mL 底物缓冲液+10  $\mu\text{L}$  30%过氧化氢,混匀。

8.14 T-2 毒素标准溶液:用甲醇配成 1 mg/mL T-2 毒素贮备液,−20 °C 冰箱贮存。于检测当天,精密吸取贮备液,用 20%甲醇的 PBS(配制方法同 PBS-T,不加吐温-20 即可)稀释成制备标准曲线的所需浓度。

## 9 仪器

所有玻璃器皿均用硫酸洗液浸泡,用自来水、蒸馏水冲洗。

9.1 酶标检测仪。

9.2 酶标板(40 孔或 96 孔)。

9.3 电动振荡器。

9.4 电热恒温水浴锅。

9.5 具 0.2 mL 尾管的 10 mL 小浓缩瓶。

## 10 分析步骤

### 10.1 提取

称取 20 g 粉碎并通过 20 目筛的试样,置 200 mL 具塞锥形烧瓶中,加 8 mL 水和 100 mL 三氯甲烷-无水乙醇(4+1),密塞,振荡 1 h,通过滤纸过滤,取 25 mL 滤液于蒸发皿中,置 90 °C 水浴上通风挥干。用 50 mL 石油醚分次溶解蒸发皿中残渣,洗入 250 mL 分液漏斗中,再用 20 mL 甲醇-水(4+1)分次洗涤,转入同一分液漏斗中,振摇 1.5 min,静置约 15 min,收下层甲醇-水提取液过层析柱净化(层析柱的装备:在层析柱下端与小管相连接处塞约 0.1 g 脱脂棉,尽量塞紧,先装入 0.5 g 中性氧化铝,敲平表面,再加入 0.4 g 活性炭,敲紧)。

将过柱后的洗脱液倒入蒸发皿中,并于水浴锅上浓缩至干,趁热加 3 mL 乙酸乙酯,加热至沸,挥干,再重复一次,最后加 3 mL 乙酸乙酯,冷至室温后转入浓缩瓶中。用适量乙酸乙酯洗涤蒸发皿,并入浓缩瓶中,将浓缩瓶置 95 °C 水浴锅上,挥干冷却后,用含 20%甲醇的 PBS 定容,供 ELISA 检测之用。

### 10.2 ELISA 检测

10.2.1 用 T-2-BSA(4  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )包被酶标板,每孔 100  $\mu\text{L}$ ,4 °C 过夜。

10.2.2 酶标板用 PBS-T 洗 3 次,每次 3 min 后,加入不同浓度的 T-2 标准溶液(制作标准曲线)或试样提取液(检测试样中的毒素含量)与抗体溶液的混合液(1+1,每孔 100  $\mu\text{L}$ ,该混合液应于使用的前一天配好,4 °C 过夜备用),置 37 °C 1 h。

10.2.3 酶标板洗 3 次,每次 3 min 后,加入酶标二抗,每孔 100  $\mu\text{L}$ ,37 °C 1.5 h。

10.2.4 同上述洗涤后,加入底物溶液,每孔 100  $\mu\text{L}$ ,37 °C 30 min。

10.2.5 用 1 mol/L 硫酸溶液终止反应,每孔 50  $\mu\text{L}$ ,于 450 nm 处测定吸光度值。

## 11 结果计算

按式(2)计算:

$$c = m_1 \times \frac{V_1}{V_2} \times D \times \frac{1}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $c$ ——T-2 浓度,单位为纳克每克(ng/g);  
 $m_1$ ——酶标板上所测得的 T-2 毒素的量,根据标准曲线求得,单位为纳克(ng);  
 $V_1$ ——试样提取液的体积,单位为毫升(mL);  
 $V_2$ ——滴加样液的体积,单位为毫升(mL);  
 $D$ ——样液的总稀释倍数;  
 $m$ ——试样质量,单位为克(g)。

## 12 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 20%。

## 第三法 直接法

## 13 原理

将已知抗原吸附在固相载体表面,洗除未吸附的抗原,加入一定量的酶标记抗体与试样(含有抗原)提取液的混合液,竞争温育后,在固相载体表面形成抗原-抗体-酶复合物。洗除多余部分,加入酶的底物。在酶的催化作用下,底物发生降解反应,产生有色物质,通过酶标检测仪,测出酶底物的降解量,从而推知被测试样中的抗原量。

## 14 试剂

- 14.1 甲醇。  
 14.2 石油醚。  
 14.3 三氯甲烷。  
 14.4 无水乙醇。  
 14.5 乙酸乙酯。  
 14.6 二甲基甲酰胺。  
 14.7 四甲基联苯胺(TMB)。  
 14.8 吐温-20。  
 14.9 30%过氧化氢(30% $H_2O_2$ )。  
 14.10 抗 T-2 毒素单克隆抗体与辣根过氧化酶结合物。  
 14.11 抗原:T-2 毒素与载体蛋白-牛血清白蛋白的结合物(T-2-BSA)。  
 14.12 ELISA 缓冲液系统。  
 14.12.1 包被缓冲液为 pH9.6 的碳酸盐缓冲液,称取 1.59 g 碳酸钠( $Na_2CO_3$ )、2.93 g 碳酸氢钠( $NaHCO_3$ ),加水稀释至 1 000 mL。  
 14.12.2 洗液为含 0.05%吐温-20 的 pH7.4 的磷酸盐缓冲液(简称为 PBS-T),配制方法为:  
 称取 0.2 g 磷酸二氢钾( $KH_2PO_4$ )、2.9 g 磷酸氢二钠( $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ )、8.0 g 氯化钠(NaCl)、0.2 g 氯化钾(KCl)、0.5 mL 吐温-20,加水至 1 000 mL。

## 15 仪器

所有玻璃器皿均用硫酸洗液浸泡,用自来水、蒸馏水冲洗。

- 15.1 酶标检测仪。  
 15.2 酶标板(40 孔或 96 孔)。

15.3 电动振荡器。

15.4 电热恒温水浴锅。

15.5 具 0.2 mL 尾管的 10 mL 小浓缩瓶。

## 16 分析步骤

### 16.1 提取

称取 20 g 粉碎并通过 20 目筛的试样,置 200 mL 具塞锥形烧瓶中,加 8 mL 水和 100 mL 三氯甲烷-无水乙醇(4+1),密塞,振荡 1 h,通过滤纸过滤,取 25 mL 滤液于蒸发皿中,置 90 °C 水浴上通风挥干。用 50 mL 石油醚分次溶解蒸发皿中残渣,洗入 250 mL 分液漏斗中,再用 20 mL 甲醇-水(4+1)分次洗涤,转入同一分液漏斗中,振摇 1.5 min,静置约 15 min,收下层甲醇-水提取液过层析柱净化(层析柱的装备:在层析柱下端与小管相联结处塞约 0.1 g 脱脂棉,尽量塞紧,先装入 0.5 g 中性氧化铝,敲平表面,再加入 0.4 g 活性炭,敲紧)。

将过柱后的洗脱液倒入蒸发皿中,并于水浴锅上浓缩至干,趁热加 3 mL 乙酸乙酯,加热至沸,挥干,再重复一次,最后加 3 mL 乙酸乙酯,冷至室温后转入浓缩瓶中。用适量乙酸乙酯洗涤蒸发皿,并入浓缩瓶中。将浓缩瓶置 95 °C 水浴锅上,挥干冷却后,用含 20% 甲醇的 PBS 定容,供 ELISA 检测之用。

### 16.2 ELISA 检测

16.2.1 用 T-2-BSA(4 μg/mL)包被酶标板,每孔 100 μL,4 °C 过夜。

16.2.2 酶标板用 PBS-T 洗 3 次,每次 3 min 后,加入不同浓度的 T-2 标准溶液(制作标准曲线)或试样提取液(检测试样毒素含量)与抗体-酶结合物溶液(1+100)的混合液(1+1,每孔 100 μL,该混合液应于使用的前一天配好,4 °C 过夜备用),置 37 °C 1.5 h。

16.2.3 酶标板洗 3 次,每次 3 min 后,加入底物溶液。每孔 100 μL,37 °C 30 min。

16.2.4 用 1 mol/L 硫酸溶液终止反应,每孔 50 μL,于 450 nm 处测定吸光度值。

## 17 结果计算

按式(3)计算:

$$c = m_1 \times \frac{V_1}{V_2} \times D \times \frac{1}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$c$ ——T-2 浓度,单位为纳克每克(ng/g);

$m_1$ ——酶标板上所测得的 T-2 毒素的量,根据标准曲线求得,单位为纳克(ng);

$V_1$ ——试样提取液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴加样液的体积,单位为毫升(mL);

$D$ ——样液的总稀释倍数;

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

**M** **美析仪器**  
**MACY** MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL: 400-636-4686

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
谷物中 T-2 毒素的测定  
GB/T 5009.118—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

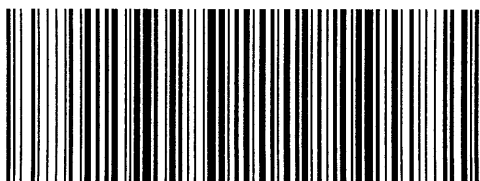
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36045 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.118-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.146—2008  
代替 GB/T 5009.146—2003

## 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类 农药多种残留量的测定

Determination of organochlorines and pyrethroid pesticide multiresidues  
in vegetable foods

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

## 目 次

|                                                                           |    |
|---------------------------------------------------------------------------|----|
| 前言 .....                                                                  | I  |
| 1 范围 .....                                                                | 1  |
| 2 粮食、蔬菜中 16 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定 .....                                      | 1  |
| 2.1 原理 .....                                                              | 1  |
| 2.2 试剂和材料 .....                                                           | 1  |
| 2.3 仪器和设备 .....                                                           | 2  |
| 2.4 试样制备 .....                                                            | 2  |
| 2.5 分析步骤 .....                                                            | 2  |
| 2.6 结果计算 .....                                                            | 3  |
| 2.7 精密度和准确度 .....                                                         | 4  |
| 2.8 检出限 .....                                                             | 4  |
| 3 果蔬中 40 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定 .....                                         | 4  |
| 3.1 原理 .....                                                              | 4  |
| 3.2 试剂和材料 .....                                                           | 4  |
| 3.3 仪器和设备 .....                                                           | 5  |
| 3.4 试样制备与保存 .....                                                         | 5  |
| 3.5 测定步骤 .....                                                            | 5  |
| 3.6 结果计算 .....                                                            | 7  |
| 3.7 精密度 .....                                                             | 7  |
| 4 浓缩果汁中 40 种有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量的测定 .....                                     | 7  |
| 4.1 原理 .....                                                              | 7  |
| 4.2 试剂和材料 .....                                                           | 7  |
| 4.3 仪器和设备 .....                                                           | 7  |
| 4.4 测定步骤 .....                                                            | 8  |
| 4.5 结果计算 .....                                                            | 9  |
| 4.6 精密度 .....                                                             | 9  |
| 附录 A (规范性附录) 果蔬中 40 种农药种类及配制溶剂表 .....                                     | 10 |
| 附录 B (资料性附录) 浓缩果汁中 40 种农药标准工作溶液中各农药的保留时间、定量离子、<br>定性离子及其丰度比、定量限和检出限 ..... | 12 |
| 附录 C (资料性附录) 果蔬中 40 种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收<br>率范围、精密度范围及定量限 .....     | 17 |
| 附录 D (资料性附录) 果蔬中 40 种农药残留量测定的选择监测离子时间设定参数表 .....                          | 20 |
| 附录 E (资料性附录) 果蔬中 40 种农药标准物气相色谱-质谱选择离子色谱图 .....                            | 21 |
| 附录 F (资料性附录) 浓缩果汁中 40 种农药混合标准工作溶液的总离子流色谱图 .....                           | 22 |

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.146—2003《植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定》。

本标准与 GB/T 5009.146—2003 相比主要修改如下：

——增加了果蔬中 40 种有机氯和拟除虫菊酯类农药残留量的测定和浓缩果汁中 40 种有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量的测定。

本标准附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准植物性食品中 16 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量测定的起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、北京市疾病预防控制中心、河南省疾病预防控制中心、农业部谷物品质监督检测中心；果蔬中 40 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量测定的起草单位：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院；浓缩果汁中 40 种有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量测定的起草单位：中华人民共和国湖北出入境检验检疫局。

本标准植物性食品中 16 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量测定的主要起草人：张临夏、祝孝、沈在忠、张莹、杨大进、方从容；果蔬中 40 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量测定的主要起草人：王明泰、牟峻、赵庆松、储晓刚、商明磊、邹明强、陈明岩、董奥；浓缩果汁中 40 种有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量测定的主要起草人：胡小钟、李晶、黄鑫、倪澜荪、林雁飞、王鹏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 17332—1998、GB/T 5009.146—2003。

植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类  
农药多种残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食、蔬菜中 16 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定方法(16 种农药见表 1);水果和蔬菜中 40 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定方法(40 种农药见表 A. 1);浓缩果汁中 40 种有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量的测定方法(40 种农药参见附录 B)。

本标准适用于粮食、蔬菜中 16 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定;西兰花、茼蒿、大葱、芹菜、番茄、黄瓜、菠菜、柑橘、苹果、草莓中 40 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定;浓缩果汁中 40 种有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量的测定。

粮食、蔬菜中 16 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量测定方法的检出限见表 2;果蔬中 40 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量测定方法的定量限参见表 C. 1;浓缩果汁中 40 种有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量测定方法的检出限和定量限参见表 B. 2。

2 粮食、蔬菜中 16 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定

2.1 原理

试样中有机氯和拟除虫菊酯农药用有机溶剂提取,经液液分配及层析净化除去干扰物质,用电子捕获检测器检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

2.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确定为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

2.2.1 石油醚:沸程 60℃~90℃,重蒸。

2.2.2 苯:重蒸。

2.2.3 丙酮:重蒸。

2.2.4 乙酸乙酯:重蒸。

2.2.5 无水硫酸钠。

2.2.6 弗罗里硅土:层析用,于 620℃灼烧 4 h 后备用,用前 140℃烘 2 h,趁热加 5%水灭活。

2.2.7 农药标准品:见表 1。

表 1 16 种农药标准品

| 中文名称          | 英文名称          | 纯度          |
|---------------|---------------|-------------|
| $\alpha$ -六六六 | $\alpha$ -HCH | $\geq 99\%$ |
| $\beta$ -六六六  | $\beta$ -HCH  | $\geq 99\%$ |
| $\gamma$ -六六六 | $\gamma$ -HCH | $\geq 99\%$ |
| $\delta$ -六六六 | $\delta$ -HCH | $\geq 99\%$ |
| $p,p'$ -滴滴涕   | $p,p'$ -DDT   | $\geq 99\%$ |
| $p,p'$ -滴滴滴   | $p,p'$ -DDD   | $\geq 99\%$ |
| $p,p'$ -滴滴伊   | $p,p'$ -DDE   | $\geq 99\%$ |
| $o,p'$ -滴滴涕   | $o,p'$ -DDT   | $\geq 99\%$ |

表 1 (续)

| 中文名称  | 英文名称          | 纯度   |
|-------|---------------|------|
| 七氯    | Heptachlor    | ≥99% |
| 艾氏剂   | Aldrin        | ≥99% |
| 甲氰菊酯  | Fenpropathrin | ≥99% |
| 氯氟氰菊酯 | Cyhalothrin   | ≥99% |
| 氯菊酯   | Permethrin    | ≥99% |
| 氯氰菊酯  | Cypermethrin  | ≥99% |
| 氰戊菊酯  | Fenvalerate   | ≥99% |
| 溴氰菊酯  | Deltamethrin  | ≥99% |

2.2.8 标准溶液:分别准确称取表 1 中的标准品,用苯溶解并配成 1 mg/mL 的储备液,使用时用石油醚稀释配成单品种的标准使用液。再根据各农药品种在仪器上的响应情况,吸取不同量的标准储备液,用石油醚稀释成混合标准使用液。

### 2.3 仪器和设备

2.3.1 气相色谱仪:附电子捕获检测器(ECD)。

2.3.2 电动振荡器。

2.3.3 组织捣碎机。

2.3.4 旋转蒸发器。

2.3.5 过滤器具:布氏漏斗(直径 80 mm)、抽滤瓶(20 mL)。

2.3.6 具塞三角瓶:100 mL。

2.3.7 分液漏斗:250 mL。

2.3.8 层析柱。

### 2.4 试样制备

取粮食试样经粮食粉碎机粉碎,过 20 目筛制成粮食试样。取蔬菜试样擦净,去掉非可食部分后备用。

### 2.5 分析步骤

#### 2.5.1 提取

2.5.1.1 粮食试样:称取 10 g 粮食试样,置于 100 mL 具塞三角瓶中,加入 20 mL 石油醚,于振荡器上振摇 0.5 h。

2.5.1.2 蔬菜试样:称取 20 g 蔬菜试样。置于组织捣碎杯中,加入 30 mL 丙酮和 30 mL 石油醚,于捣碎机上捣碎 2 min,捣碎液经抽滤,滤液移入 250 mL 分液漏斗中,加入 100 mL 2%硫酸钠水溶液,充分摇匀,静置分层,将下层溶液转移到另一 250 mL 分液漏斗中,用 2×20 mL 石油醚萃取,合并三次萃取的石油醚层,过无水硫酸钠层,于旋转蒸发器上浓缩至 10 mL。

#### 2.5.2 净化

2.5.2.1 层析柱的制备:玻璃层析柱中先加入 1 cm 高无水硫酸钠,再加入 5 g 5%水脱活弗罗里硅土,最后加入 1 cm 高无水硫酸钠,轻轻敲实,用 20 mL 石油醚淋洗净化柱,弃去淋洗液,柱面要留有少量液体。

2.5.2.2 净化与浓缩:准确吸取试样提取液 2 mL,加入已淋洗过的净化柱中,用 100 mL 石油醚-乙酸乙酯(95+5)洗脱,收集洗脱液于蒸馏瓶中,于旋转蒸发器上浓缩近干,用少量石油醚多次溶解残渣于刻度离心管中,最终定容至 1.0 mL,供气相色谱分析。

#### 2.5.3 测定

##### 2.5.3.1 气相色谱参考条件

2.5.3.1.1 色谱柱:石英弹性毛细管柱,0.25 mm(内径)×15 m,内涂有 OV—101 固定液。

2.5.3.1.2 气体流速:氮气 40 mL/min,尾吹气 60 mL/min,分流比 1:50。

2.5.3.1.3 温度:柱温自 180 ℃升至 230 ℃保持 30 min;检测器、进样口温度 250 ℃。

#### 2.5.3.2 色谱分析

吸收 1 μL 试样液注入气相色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰高。再吸取 1 μL 混合标准使用液进样,记录色谱峰的保留时间和峰高。根据组分在色谱上的出峰时间与标准组分比较定性;用外标法与标准组分比较定量。

#### 2.5.3.3 色谱图

见图 1。

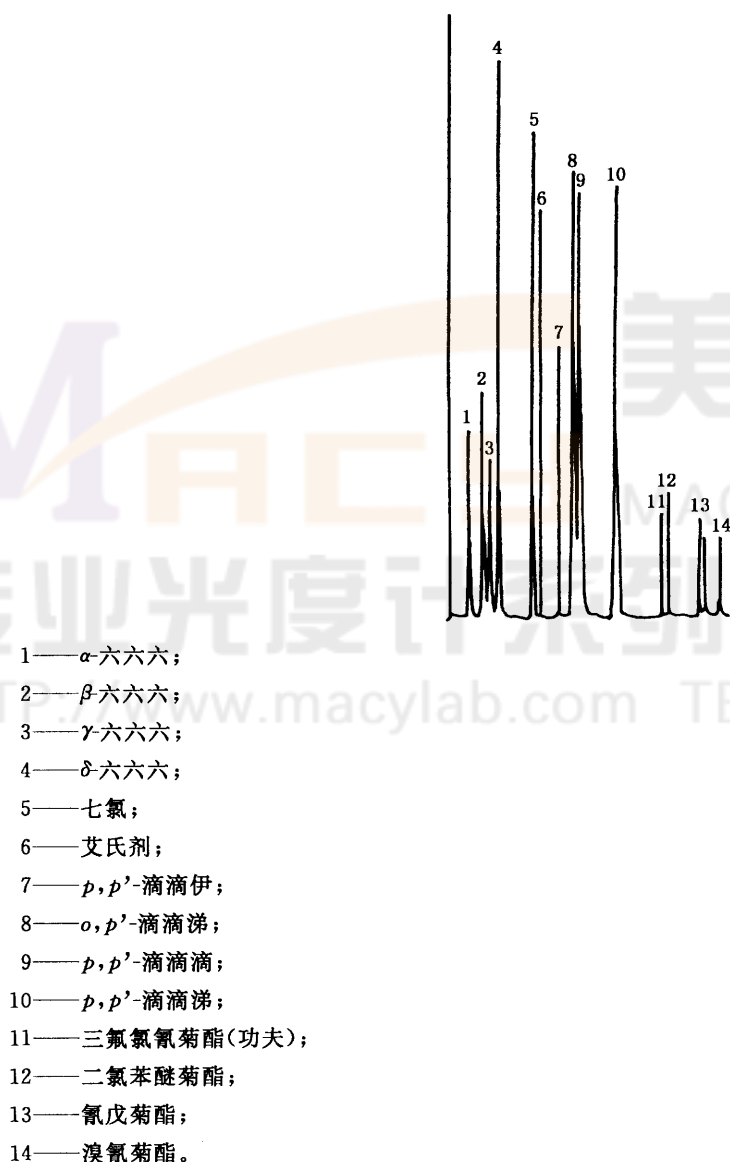


图 1 有机氯和拟除虫菊酯标液色谱图

#### 2.6 结果计算

按式(1)计算。

$$X = \frac{h_i \times m_{si} \times V_2}{h_{si} \times V_1 \times m} \times K \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样中农药的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$h_i$ ——试样中  $i$  组分农药峰高,单位为毫米(mm);  
 $m_{si}$ ——标准样品中  $i$  组分农药的含量,单位为纳克(ng);  
 $V_2$ ——最后定容体积,单位为毫升(mL);  
 $h_{si}$ ——标准样品中  $i$  组分农药峰高,单位为毫米(mm);  
 $V_1$ ——试样进样体积,单位为微升( $\mu$ L);  
 $m$ ——试样的质量,单位为克(g);  
 $K$ ——稀释倍数。

2.7 精密度和准确度

将 10 种有机氯和 6 种拟除虫菊酯类农药混合标准分别加入到面粉、黄瓜、油菜中进行方法的精密度和准确度试验,添加回收率在 81.71%~112.41%之间,变异系数在 2.48%~10.05%之间。

2.8 检出限

检出限见表 2。

表 2 检出限

| 农药名称          | 检出限/( $\mu$ g/kg) |
|---------------|-------------------|
| $\alpha$ -六六六 | 0.1               |
| $\beta$ -六六六  | 0.2               |
| $\gamma$ -六六六 | 0.6               |
| $\delta$ -六六六 | 0.6               |
| 七氯            | 0.8               |
| 艾氏剂           | 0.8               |
| $p,p'$ -滴滴伊   | 0.8               |
| $o,p'$ -滴滴涕   | 1.0               |
| $p,p'$ -滴滴涕   | 1.0               |
| $p,p'$ -滴滴涕   | 1.0               |
| 氯氟氰菊酯         | 0.8               |
| 氯菊酯           | 16                |
| 氰戊菊酯          | 3.0               |
| 溴氰菊酯          | 1.6               |

3 果蔬中 40 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定

3.1 原理

试样中用水-丙酮均质提取,经二氯甲烷液-液分配,以凝胶色谱柱净化,再经活性炭固相柱净化,洗脱液浓缩并溶解定容后,供气相色谱-质谱(GC-MS)测定和确证,外标法定量。

3.2 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为二级水(电导率<sub>25℃</sub>≤0.10 mS/m)。

3.2.1 丙酮( $C_3H_6O$ ):残留级。

3.2.2 二氯甲烷( $CH_2Cl_2$ ):残留级。

3.2.3 乙酸乙酯( $C_4H_8O_2$ ):残留级。

3.2.4 环己烷( $Cyclo-C_6H_{14}$ ):残留级。

3.2.5 正己烷( $n-C_6H_{14}$ ):残留级。

- 3.2.6 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ):残留级。
- 3.2.7 苯( $\text{C}_6\text{H}_6$ ):残留级。
- 3.2.8 氯化钠( $\text{NaCl}$ ):优级纯。
- 3.2.9 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ):650℃灼烧4h,贮于密封容器中备用。
- 3.2.10 氯化钠水溶液:20 g/L。
- 3.2.11 活性炭固相萃取柱(pesticarb):0.5 g,或相当者,使用前用5 mL正己烷预淋洗。
- 3.2.12 40种农药标准品:纯度均 $\geq 93.5\%$ ,见表A.1。
- 3.2.13 标准溶液
- 3.2.13.1 标准储备液:分别准确称取适量的每种农药标准品,用丙酮或相应溶剂(见表A.1)配制成浓度为500  $\mu\text{g/mL}$ ~1 000  $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。该溶液可在0℃~4℃冰箱中保存3个月。
- 3.2.13.2 标准中间工作液:分别准确移取一定体积的各农药标准储备液,可根据需要用丙酮稀释成适用浓度的混合标准中间工作液。该溶液可在0℃~4℃冰箱中保存6个月。
- 3.2.13.3 混合标准工作液:准确移取一定体积的混合标准中间工作液,可根据需要用正己烷稀释成适用浓度的混合标准工作液。该溶液可在0℃~4℃冰箱中保存1个月。
- 3.3 仪器和设备
- 3.3.1 气相色谱-质谱仪,配有电子轰击源(EI)。
- 3.3.2 凝胶色谱仪:配有馏分收集器。
- 3.3.3 食品捣碎机。
- 3.3.4 均质器。
- 3.3.5 旋转蒸发器。
- 3.3.6 氮吹仪。
- 3.3.7 漩涡混合器。
- 3.3.8 无水硫酸钠柱:7.5 cm $\times$ 1.5 cm(内径),内装5 cm高无水硫酸钠。
- 3.3.9 具塞锥形瓶:250 mL。
- 3.3.10 分液漏斗:250 mL。
- 3.3.11 浓缩瓶:50 mL、250 mL。
- 3.3.12 移液器:1 000  $\mu\text{L}$ 、100  $\mu\text{L}$ 、10  $\mu\text{L}$ 。

### 3.4 试样制备与保存

#### 3.4.1 试样制备

抽取水果或蔬菜样品500 g,或去壳、去籽、去皮、去茎、去根、去冠(不可用水洗涤),将其可食用部分切碎后,依次用食品捣碎机将样品加工成浆状。混匀,均分成两份作为试样,分装入洁净的盛样袋内,密闭,标明标记。

#### 3.4.2 试样保存

将试样于0℃~4℃保存。

注:在抽样及制样的操作过程中,应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

### 3.5 测定步骤

#### 3.5.1 提取

称取约25 g(精确至0.1 g)试样于250 mL具塞锥形瓶中,加入20 mL水,混摇后放置1 h。然后加入100 mL丙酮,高速均质提取3 min。将提取液抽滤于250 mL浓缩瓶中。残渣再用50 mL丙酮重复提取一次,合并滤液,于40℃水浴中旋转浓缩至约20 mL。将浓缩提取液转移至250 mL分液漏斗中。

在上述分液漏斗中,加入100 mL氯化钠水溶液和100 mL二氯甲烷,振摇3 min,静置分层,收集二氯甲烷相。水相再用2 $\times$ 50 mL二氯甲烷重复提取两次,合并二氯甲烷相。经无水硫酸钠柱脱水,收集于250 mL浓缩瓶中,于40℃水浴中旋转浓缩至近干,加入5 mL乙酸乙酯-环己烷(1+1)以溶解残渣,

并用 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤,待净化。

### 3.5.2 净化

#### 3.5.2.1 凝胶色谱净化(GPC)

##### 3.5.2.1.1 凝胶色谱条件

- 净化柱:700 mm $\times$ 25 mm,Bio Beads S-X3<sup>1)</sup>,或相当者。
- 流动相:乙酸乙酯-环己烷(1+1)。
- 流速:5.0 mL/min。
- 样品定量环:5.0 mL。
- 预淋洗体积:50 mL。
- 洗脱体积:210 mL。
- 收集体积:105 mL~185 mL。

##### 3.5.2.1.2 凝胶色谱净化步骤

将 5 mL 待净化液按 3.5.2.1.1 规定的条件进行净化,合并馏分收集器中的收集液于 250 mL 浓缩瓶中,于 40  $^{\circ}\text{C}$  水浴中旋转浓缩至近干,加入 2 mL 正己烷以溶解残渣,待净化。

#### 3.5.2.2 固相萃取净化(SPE)

将 2 mL 溶解液倾入已预淋洗后的活性炭固相萃取柱中,用 30 mL 正己烷-乙酸乙酯(3+2)进行洗脱。收集全部洗脱液于 50 mL 浓缩瓶中,于 40  $^{\circ}\text{C}$  水浴中旋转浓缩至干。用乙酸乙酯溶解并定容至 2.0 mL,供气相色谱-质谱测定。

### 3.5.3 气相色谱-质谱测定

#### 3.5.3.1 气相色谱-质谱条件

- 色谱柱:30 m $\times$ 0.25 mm(内径),膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ,DB-5 MS 石英毛细管柱,或相当者。
- 色谱柱温度:50  $^{\circ}\text{C}$  (2 min)  $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  180  $^{\circ}\text{C}$  (1 min)  $\xrightarrow{3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  270  $^{\circ}\text{C}$  (14 min)。
- 进样口温度:280  $^{\circ}\text{C}$ 。
- 色谱-质谱接口温度:280  $^{\circ}\text{C}$ 。
- 载气:氮气,纯度 $\geq 99.999\%$ ,1.2 mL/min。
- 进样量:1  $\mu\text{L}$ 。
- 进样方式:无分流进样,1.5 min 后开阀。
- 电离方式:EI。
- 电离能量:70 eV。
- 测定方式:选择离子监测方式。
- 溶剂延迟:5 min。
- 选择监测离子(m/z):每种农药分别选择 1 个定量离子、2 个~3 个定性(阳性确证)离子。选择监测离子时间设定参数参见表 D.1;每种农药的定量离子和定性离子参见附录 C 中表 C.1。

#### 3.5.3.2 定量测定

根据样液中被测农药含量,选定浓度相近的标准工作溶液。标准工作溶液和待测样液中农药的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对混合标准溶液与样液等体积分组分段参插进样测定,外标法定量。在上述气相色谱-质谱条件下,各标准物质的保留时间参见表 C.1,气相色谱-质谱选择离子色谱图参见图 E.1。

#### 3.5.3.3 定性测定

对混合标准溶液及样液按上述规定的条件进行测定时,如果样液与混合标准溶液的选择离子图中,

- 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

在相同保留时间有峰出现,则根据定性选择离子的种类及其丰度比对其进行阳性确证。各种农药的选择离子的种类及其丰度比参见表 C.1。

### 3.6 结果计算

按式(2)计算试样中每种农药残留含量:

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V}{A_{is} \times m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X_i$ ——试样中农药  $i$  残留量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );

$A_i$ ——样液中农药  $i$  的峰面积(或峰高);

$c_i$ ——标准工作液中农药  $i$  的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——样液最终定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$A_{is}$ ——标准工作液中农药  $i$  的峰面积(或峰高);

$m$ ——最终样液的试样质量,单位为克( $\text{g}$ )。

### 3.7 精密度

本方法对 40 种有机氯和拟除虫菊酯农药在  $0.1 \text{ mg/kg} \sim 5.0 \text{ mg/kg}$  浓度水平,添加回收率和精密度参见表 C.1。

## 4 浓缩果汁中 40 种有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量的测定

### 4.1 原理

将试样用水稀释后与适合的固相基质(硅藻土)混合均匀,转入到层析柱中,用适当的有机溶剂(正己烷-二氯甲烷混合溶剂)淋洗,极性物质被吸附于固相基质(硅藻土)上,农药则被有机溶剂(正己烷-二氯甲烷混合溶剂)淋洗下来。淋洗液浓缩定容后,供气质联用仪检测。

### 4.2 试剂和材料

除另有说明外,水为一级水,电导率<sub>25℃</sub>  $\leq 0.01 \text{ mS/m}$ 。

4.2.1 正己烷( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ )农残级。

4.2.2 丙酮( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ )农残级。

4.2.3 甲醇( $\text{CH}_4\text{O}$ )农残级。

4.2.4 二氯甲烷( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ )农残级。

4.2.5 硅藻土:Merck Extrelut<sup>®</sup> 2), 货号 1.15092.1000。

4.2.6 农药标准物质:中英文名称参见附录 B,纯度  $\geq 96\%$ 。

4.2.7 农药标准溶液:分别准确称取适量农药标准品,用丙酮为溶剂,分别配制成  $1 \text{ mg/mL}$  标准储备液。储备液留存于  $-25^\circ\text{C}$  冰箱中,可使用一年。工作液根据农药检出限配成不同的混合标准液,保存于  $4^\circ\text{C}$  冰箱中,可使用 20 d。

4.2.8 基质混合标准工作溶液:混合标准工作溶液用样品空白溶液配成不同浓度的基质混合标准工作液,用于做标准工作曲线。基质混合标准工作溶液应现用现配。

### 4.3 仪器和设备

4.3.1 气相色谱-质谱联用仪:配电子轰击源。

4.3.2 电子天平:感量  $0.1 \text{ mg}$ 、 $0.01 \text{ g}$ 。

4.3.3 旋转蒸发器:水浴  $40^\circ\text{C}$ 。

4.3.4 鸡心瓶:250 mL。

- 2) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

4.3.5 移液器:1 mL。

4.3.6 样品瓶:2 mL,带旋盖。

4.3.7 全玻璃层析柱:15 mm 内径,320 mm 长,下具玻璃活塞。

#### 4.4 测定步骤

##### 4.4.1 提取与净化

准确称取 5 g(精确至 0.01 g)浓缩果汁样品于 250 mL 烧杯中,加入等量蒸馏水充分混匀后,再加入 20 g 硅藻土,用玻棒将硅藻土和果汁充分搅匀。然后将其转至全玻璃层析柱中,用一根软棒状物轻轻敲打柱身,使硅藻土填充均匀。从柱顶加入 80 mL 正己烷-二氯甲烷(1+1)混合溶剂进行淋洗,流速控制在 5 mL/min,另以 40 mL 正己烷-二氯甲烷(1+1)分 3 次洗烧杯,洗液也加到柱上,最后再从柱顶加入 40 mL 正己烷淋洗液,所有流出液均收集于一个 250 mL 的鸡心瓶中。将鸡心瓶置于旋转蒸发器中,40 ℃水浴中将收集液浓缩至近干,最后用正己烷-二氯甲烷(1+1)准确定容至 1 mL,转移至 2 mL 样品瓶中,供气相色谱-质谱仪检测。

##### 4.4.2 气相色谱-质谱条件

###### 4.4.2.1 色谱柱 DB-5 MS 的色谱条件

4.4.2.1.1 色谱柱:DB-5 MS,30 m 长,0.25 mm 内径,0.25 μm 膜厚。

4.4.2.1.2 升温程序:初始温度 120 ℃,保持 1 min,以 8 ℃/min 的速率,升温至 280 ℃,保持 6 min。

4.4.2.1.3 载气:高纯氦气,流量 1.0 mL/min。

###### 4.4.2.2 色谱柱 DB-1701 的色谱条件

4.4.2.2.1 色谱柱:DB-1701 型毛细管气相色谱柱(14%氰丙苯基-86%甲基聚硅氧烷),30 m 长,0.32 mm 内径,0.25 μm 膜厚。

4.4.2.2.2 柱温程序:初始温度 60 ℃,保持 1 min,以 25 ℃/min 的速率,升温至 160 ℃,继续以 5 ℃/min 的速率,升温至 250 ℃;再以 10 ℃/min 的速率升温至 300 ℃,保持 10 min。

4.4.2.2.3 载气:高纯氦气,流量 1.5 mL/min。

4.4.2.3 进样口温度:250 ℃。

4.4.2.4 进样量:1 μL。

4.4.2.5 进样方式:脉冲无分流进样,设置 1 min 后自动分流。

4.4.2.6 电离方式:电子轰击,70 eV。

4.4.2.7 离子源温度:230 ℃。

4.4.2.8 色谱-质谱接口温度:280 ℃。

4.4.2.9 质谱检测方式:选择离子监测(SIM),条件参见表 3 和表 B.1。

表 3 选择离子监测质谱条件

| 序号 | 时间/min | 监测的离子(m/z)                                                  | 离子数 | 驻留时间/ms | 每秒扫描次数 |
|----|--------|-------------------------------------------------------------|-----|---------|--------|
| 1  | 9.00   | 181,183,217,219                                             | 4   | 50      | 3.77   |
| 2  | 10.50  | 109,181,202,214,217,219,237,249,264,266,268,295             | 12  | 10      | 3.28   |
| 3  | 11.30  | 100,109,181,217,219,237,264,266,268,272,337                 | 11  | 10      | 3.57   |
| 4  | 13.00  | 111,115,139,185,251,261,263,293,387                         | 9   | 20      | 3.13   |
| 5  | 14.50  | 176,195,210,241,246,265,318,339                             | 8   | 10      | 4.88   |
| 6  | 15.70  | 79,176,210,246,263,318,345,380                              | 8   | 10      | 4.88   |
| 7  | 16.35  | 111,139,165,195,199,235,237,243,250,251,253,263,339,345,347 | 15  | 10      | 2.63   |
| 8  | 17.30  | 123,143,165,171,199,235,237,272,387,422                     | 10  | 10      | 3.92   |

表 3 (续)

| 序号 | 时间/min | 监测的离子(m/z)                                                  | 离子数 | 驻留时间/ms | 每秒扫描次数 |
|----|--------|-------------------------------------------------------------|-----|---------|--------|
| 9  | 18.55  | 123,164,165,166,181,182,208,227,228,265,274,281,315,317,349 | 15  | 10      | 2.63   |
| 10 | 19.30  | 111,123,159,183,229,350,356                                 | 7   | 10      | 5.56   |
| 11 | 19.90  | 141,181,197,208                                             | 4   | 50      | 3.77   |
| 12 | 20.50  | 127,163,183,184                                             | 4   | 50      | 3.77   |
| 13 | 21.70  | 107,135,163,165,199,206,209,226,376                         | 9   | 10      | 4.35   |
| 14 | 23.50  | 125,167,181,209,225,250,281,419                             | 8   | 10      | 4.88   |
| 15 | 25.00  | 152,181,209,253                                             | 4   | 50      | 3.77   |

4.4.2.10 溶剂延迟:6.5 min。

#### 4.4.3 气相色谱-质谱测定

基质混合标准工作溶液(4.2.8)和样液等体积交替进样,根据提取离子峰或选择离子色谱峰面积用外标法定量。如果样液与标准溶液的总离子流图中,在相同保留时间有峰出现,则根据表 B.1 中定性离子对其确证。

根据上述分析条件(4.4.2)对基质混合标准工作溶液进行分析,所得农药的总离子流色谱图参见图 F.1。

#### 4.4.4 空白试验

除用水代替试样外,均按上述步骤进行。

#### 4.5 结果计算

按式(3)计算试样中农药残留的含量:

$$X = \frac{(A_i - A_0) \times c_s \times V \times 1\,000}{A_s \times m \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$X$ ——试样中的残留农药的浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A_i$ ——样液中的该农药的色谱峰面积;

$A_0$ ——空白样品的色谱峰面积;

$c_s$ ——标准工作液中的农药浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

$A_s$ ——标准工作液中农药的色谱峰面积;

$m$ ——最终样液所代表的试样质量,单位为克(g)。

#### 4.6 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 20%。

附 录 A  
(规范性附录)

果蔬中 40 种农药种类及配制溶剂表

果蔬中 40 种农药种类及配制溶剂见表 A.1。

表 A.1 果蔬中 40 种农药种类及配制溶剂表

| 序号 | 中文名称     | 英文名称                    | CAS 号       | 化学分子式                                                                        | 溶剂 |
|----|----------|-------------------------|-------------|------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1  | 四氯硝基苯    | Tecnazene               | 000117-18-0 | C <sub>6</sub> HCl <sub>4</sub> NO <sub>2</sub>                              | 乙醇 |
| 2  | 氟乐灵      | Trifluralin             | 001582-09-8 | C <sub>13</sub> H <sub>16</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> | 丙酮 |
| 3  | α-六六六    | α-BHC                   | 000319-84-6 | C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>                                | 丙酮 |
| 4  | 六氯苯      | Hexachlorobenzene       | 000118-74-1 | C <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>                                               | 丙酮 |
| 5  | β-六六六    | β-BHC                   | 000319-85-7 | C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>                                | 丙酮 |
| 6  | 林丹       | Lindane                 | 000058-89-9 | C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>                                | 丙酮 |
| 7  | 五氯硝基苯    | Pentachloronitrobenzene | 000082-68-8 | C <sub>6</sub> Cl <sub>5</sub> NO <sub>2</sub>                               | 丙酮 |
| 8  | δ-六六六    | δ-BHC                   | 000319-86-8 | C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>                                | 丙酮 |
| 9  | 七氟菊酯     | Tefluthrin              | 079538-32-2 | C <sub>17</sub> H <sub>14</sub> ClF <sub>7</sub> O <sub>2</sub>              | 丙酮 |
| 10 | 七氯       | Heptachlor              | 000076-44-8 | C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub>                               | 丙酮 |
| 11 | 艾氏剂      | Aldrin                  | 000309-00-2 | C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub>                               | 丙酮 |
| 12 | 异艾氏剂     | Isodrin                 | 000465-73-6 | C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub>                               | 丙酮 |
| 13 | 环氧七氯     | Heptachlore epoxide     | 001024-57-3 | C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub> O                             | 丙酮 |
| 14 | 反丙烯除虫菊酯  | Bioallethrin            | 000584-79-2 | C <sub>19</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>                               | 丙酮 |
| 15 | o,p'-滴滴伊 | o,p'-DDE                | 003424-82-6 | C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub>                               | 丙酮 |
| 16 | α-硫丹     | Endosulfan (α-isomer)   | 000959-98-8 | C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S               | 丙酮 |
| 17 | 狄氏剂      | Dieldran                | 000060-57-1 | C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub> O                             | 丙酮 |
| 18 | p,p'-滴滴伊 | p,p'-DDE                | 000072-55-9 | C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub>                               | 丙酮 |
| 19 | o,p'-滴滴滴 | o,p'-DDD                | 000053-19-0 | C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>4</sub>                              | 丙酮 |
| 20 | 苯氧菊酯     | Kresoxim methyl         | 143390-89-0 | C <sub>18</sub> H <sub>19</sub> NO <sub>4</sub>                              | 丙酮 |
| 21 | β-硫丹     | Endosulfan (β-isomer)   | 033213-65-9 | C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S               | 丙酮 |
| 22 | p,p'-滴滴滴 | p,p'-DDD                | 000072-54-8 | C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>4</sub>                              | 丙酮 |
| 23 | 顺式-灭虫菊酯  | Resmethrin              | 010453-86-8 | C <sub>12</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>                               | 丙酮 |
| 24 | 反式-灭虫菊酯  | Bioresmethrin           | 028434-01-7 | C <sub>12</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>                               | 丙酮 |
| 25 | 异狄氏剂(酮)  | Endrin ketone           | 053494-70-5 | C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub> O                             | 丙酮 |
| 26 | 胺菊酯      | Tetramethirn            | 007696-12-0 | C <sub>19</sub> H <sub>25</sub> NO <sub>4</sub>                              | 丙酮 |
| 27 | 联苯菊酯     | Bifenthrin              | 082657-04-3 | C <sub>23</sub> H <sub>22</sub> ClF <sub>3</sub> O <sub>2</sub>              | 丙酮 |
| 28 | 甲氰菊酯     | Fenpropathion           | 064257-84-7 | C <sub>22</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>3</sub>                              | 丙酮 |
| 29 | 苯醚菊酯     | Phenothrin              | 026002-80-2 | C <sub>23</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>                               | 丙酮 |
| 30 | 灭蚊灵      | Mirex                   | 002385-85-5 | C <sub>10</sub> Cl <sub>12</sub>                                             | 丙酮 |

表 A.1 (续)

| 序号 | 中文名称  | 英文名称                | CAS 号       | 化学分子式                     | 溶剂  |
|----|-------|---------------------|-------------|---------------------------|-----|
| 31 | 氯氟氰菊酯 | Cyhalothrin(lambda) | 068085-85-8 | $C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$   | 正己烷 |
| 32 | 氟丙菊酯  | Acrinathrin         | 103833-18-7 | $C_{26}H_{21}F_6NO_5$     | 正己烷 |
| 33 | 氯菊酯   | Permethrin          | 052645-53-1 | $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$     | 丙酮  |
| 34 | 氟氯氰菊酯 | Cyfluthrin          | 068359-37-5 | $C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$   | 丙酮  |
| 35 | 氯氰菊酯  | Cypermethin         | 052315-07-8 | $C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$    | 正己烷 |
| 36 | 氟氯戊菊酯 | Flucythrinate       | 070124-77-5 | $C_{26}H_{23}F_2NO_4$     | 正己烷 |
| 37 | 氰戊菊酯  | Fenvalerate         | 051630-58-1 | $C_{25}H_{22}ClNO_3$      | 丙酮  |
| 38 | 氟胺氰菊酯 | Fluvalinate-tau     | 102851-06-9 | $C_{26}H_{22}ClF_3N_2O_3$ | 丙酮  |
| 39 | 四溴菊酯  | Tralomethrin        | 066841-25-6 | $C_{22}H_{19}Br_4NO_3$    | 丙酮  |
| 40 | 溴氰菊酯  | Deltamethrin        | 052918-63-5 | $C_{22}H_{19}Br_2NO_3$    | 丙酮  |


 美析仪器  
 MACY INSTRUMENT  
 专业光度计系列生产厂家  
 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 附录 B

(资料性附录)

## 浓缩果汁中 40 种农药标准工作溶液中各农药的保留时间、定量离子、定性离子及其丰度比、定量限和检出限

## B.1 浓缩果汁中 40 种农药标准工作溶液中各农药的保留时间、定量离子、定性离子及其丰度比见表 B.1。

表 B.1 浓缩果汁中 40 种农药标准工作溶液中各农药的保留时间、定量离子、定性离子及其丰度比

| 序号 | 中文名称             | 英文名称                 | DB-1701 保留<br>时间/min | DB-5 MS 保留<br>时间/min | 定量离子、定性离子及其丰度比 (m/z)   |          |         |
|----|------------------|----------------------|----------------------|----------------------|------------------------|----------|---------|
| 1  | 甲体六六六            | $\alpha$ -HCH        | 11.22                | 10.04                | 181 <sup>+</sup> (100) | 219(96)  | 217(76) |
| 2  | 乙体六六六            | $\beta$ -HCH         | 14.99                | 10.75                | 219 <sup>+</sup> (100) | 181(96)  | 217(80) |
| 3  | 五氯酚              | Pentachlorophenol    | 11.60                | 10.81                | 266 <sup>+</sup> (100) | 268(62)  | 264(62) |
| 4  | 林丹               | Lindane              | 12.46                | 10.90                | 181 <sup>+</sup> (100) | 219(94)  | 217(70) |
| 5  | 五氯硝基苯            | Quintozene           | 11.62                | 11.02                | 237 <sup>+</sup> (100) | 295(77)  | 249(73) |
| 6  | 丁体六六六            | $\delta$ -HCH        | 14.98                | 11.52                | 219 <sup>+</sup> (100) | 181(96)  | 217(76) |
| 7  | 百菌清              | Chlorothalonil       | 14.72                | 11.63                | 266 <sup>+</sup> (100) | 264(77)  | 268(49) |
| 8  | 七氯               | Heptachlor           | 13.07                | 12.68                | 272 <sup>+</sup> (100) | 100(72)  | 237(33) |
| 9  | 艾氏剂              | Aldrin               | 13.89                | 13.54                | 263 <sup>+</sup> (100) | 261(64)  | 293(42) |
| 10 | 三氯杀螨醇            | Dicofol              | 15.60                | 13.76                | 139 <sup>+</sup> (100) | 111(30)  | 251(6)  |
| 11 | 氧氟丹              | Oxychlorthane        | 11.53                | 14.34                | 387 <sup>+</sup> (82)  | 115(100) | 185(59) |
| 12 | <i>o,p'</i> -滴滴伊 | <i>o,p'</i> -DDE     | 16.78                | 15.19                | 246 <sup>+</sup> (100) | 318(42)  | 176(21) |
| 13 | 硫丹 I             | $\alpha$ -Endosulfan | 13.07                | 15.37                | 241 <sup>+</sup> (100) | 195(99)  | 265(71) |
| 14 | <i>p,p'</i> -滴滴伊 | <i>p,p'</i> -DDE     | 17.90                | 15.94                | 246 <sup>+</sup> (100) | 318(92)  | 176(28) |
| 15 | 狄氏剂              | Dieldrin             | 18.36                | 15.99                | 79 <sup>+</sup> (100)  | 263(42)  | 345(15) |
| 16 | 异狄氏剂             | Endrin               | 19.04                | 16.49                | 263 <sup>+</sup> (100) | 243(42)  | 345(26) |
| 17 | 乙酯杀螨醇            | Chlorobenzilate      | 20.12                | 16.69                | 251 <sup>+</sup> (100) | 253(66)  | 139(54) |

表 B.1 (续)

| 序号 | 中文名称               | 英文名称                   | DB-1701 保留<br>时间/min             | DB-5 MS 保留<br>时间/min             | 定量离子、定性离子及其丰度比(m/z)                              |                                          |                                          |
|----|--------------------|------------------------|----------------------------------|----------------------------------|--------------------------------------------------|------------------------------------------|------------------------------------------|
| 18 | 硫丹 II              | $\beta$ -Endosulfan    | 20.74                            | 16.71                            | 195*(100)                                        | 237(75)                                  | 339(43)                                  |
| 19 | <i>p,p'</i> -滴滴涕   | <i>p,p'</i> -DDD       | 19.44                            | 16.91                            | 235*(100)                                        | 237(65)                                  | 165(32)                                  |
| 20 | <i>o,p,p'</i> -滴滴涕 | <i>o,p,p'</i> -DDT     | 20.62                            | 16.99                            | 235*(100)                                        | 237(64)                                  | 165(30)                                  |
| 21 | 异狄试剂醛              | Endrin aldehyde        | 20.53                            | 17.12                            | 345*(100)                                        | 347(65)                                  | 250(59)                                  |
| 22 | 硫丹硫酸酯              | Endosulfan sulfate     | 21.36                            | 17.45                            | 272*(100)                                        | 387(86)                                  | 422(21)                                  |
| 23 | <i>p,p'</i> -滴滴涕   | <i>p,p'</i> -DDT       | 21.16                            | 17.55                            | 235*(100)                                        | 237(64)                                  | 165(29)                                  |
| 24 | 生物卡呋菊酯             | Bioresmethrin          | 21.47                            | 18.31                            | 123*(100)                                        | 171(64)                                  | 143(36)                                  |
| 25 | 胺菊酯                | Tetramethrin           | 23.63<br>23.83                   | 18.80<br>18.95                   | 164*(100)<br>164*(100)                           | 123(26)<br>165(59)                       | 165(12)<br>123(28)                       |
| 26 | 甲氧菊酯               | Methoxychlor           | 22.57                            | 18.97                            | 181*(100)                                        | 165(27)                                  | 166(23)                                  |
| 27 | 异狄试剂酮              | Endrin ketone          | 23.08                            | 18.99                            | 317*(100)                                        | 315(66)                                  | 281(51)                                  |
| 28 | 联苯菊酯               | Bifenthrin             | 23.40                            | 19.07                            | 227*(100)                                        | 228(17)                                  | 274(3)                                   |
| 29 | 甲氰菊酯               | Fenpropathion          | 23.81                            | 19.11                            | 181*(100)                                        | 265(56)                                  | 208(39)                                  |
| 30 | 苯醚菊酯               | Phenothrin             | 23.19<br>23.37                   | 19.43<br>19.55                   | 183*(81)<br>183*(68)                             | 123(100)<br>123(100)                     | 350(6)<br>350(6)                         |
| 31 | 三氯杀螨砒              | Tetradifon             | 24.91                            | 19.52                            | 159*(100)                                        | 356(72)                                  | 229(65)                                  |
| 32 | 高效氯氟氰菊酯            | $\lambda$ -cyhalothrin | 25.29<br>25.66                   | 20.19                            | 181*(100)                                        | 197(87)                                  | 208(59)                                  |
| 33 | 氯菊酯                | Permethrin             | 25.63<br>25.93                   | 21.07<br>21.24                   | 183*(100)<br>183*(100)                           | 163(19)<br>163(25)                       | 184(15)<br>184(15)                       |
| 34 | 氟氯菊酯               | Cyfluthrin             | 27.44<br>27.67<br>27.72<br>27.84 | 21.85<br>21.98<br>22.12<br>22.17 | 163*(100)<br>163*(100)<br>163*(100)<br>163*(100) | 206(39)<br>206(51)<br>206(56)<br>206(55) | 199(30)<br>199(39)<br>226(56)<br>226(42) |

表 B.1 (续)

| 序号                  | 中文名称   | 英文名称           | DB-1701 保留<br>时间/min | DB-5 MS 保留<br>时间/min | 定量离子、定性离子及其丰度比(m/z)    |                    |
|---------------------|--------|----------------|----------------------|----------------------|------------------------|--------------------|
| 35                  | 氯氰菊酯   | Cypermethrin   | 28.31<br>28.60       | 22.59<br>22.66       | 163*(100)<br>163*(100) | 165(65)<br>165(65) |
| 36                  | 醚菊酯    | Etofenprox     | 27.13                | 22.79                | 163*(100)              | 135(11)            |
| 37                  | 氰戊菊酯   | Fenvalerate    | 28.80                | 23.91                | 167*(100)              | 125(83)            |
| 38                  | S-氰戊菊酯 | Esfenvalerate  | 29.11                | 24.30                | 167*(100)              | 125(82)            |
| 39                  | 氟胺氰菊酯  | Taufluvalinate | 28.01                | 24.31<br>24.44       | 250*(100)<br>250*(100) | 181(62)<br>281(18) |
| 40                  | 溴氰菊酯   | Deltamethrin   | 30.49                | 25.48                | 253*(100)              | 181(82)            |
| 注：括号内的数值为离子的相对丰度。   |        |                |                      |                      |                        |                    |
| <sup>a</sup> 为定量离子。 |        |                |                      |                      |                        |                    |

B.2 浓缩果汁中 40 种农药的定量限和检出限见表 B.2。

表 B.2 浓缩果汁中 40 种农药的定量限和检出限

| 序号 | 中文名称  | 英文名称              | 定量限/(mg/kg) | 检出限/(mg/kg) |
|----|-------|-------------------|-------------|-------------|
| 1  | 甲体六六六 | $\alpha$ -HCH     | 0.01        | 0.005       |
| 2  | 乙体六六六 | $\beta$ -HCH      | 0.01        | 0.005       |
| 3  | 五氯酚   | Pentachlorophenol | 0.01        | 0.005       |
| 4  | 林丹    | Lindane           | 0.01        | 0.005       |
| 5  | 五氯硝基苯 | Quintozene        | 0.025       | 0.012 5     |
| 6  | 丁体六六六 | $\delta$ -HCH     | 0.01        | 0.005       |
| 7  | 百菌清   | Chlorothalonil    | 0.01        | 0.005       |
| 8  | 七氯    | Heptachlor        | 0.01        | 0.005       |
| 9  | 艾氏剂   | Aldrin            | 0.01        | 0.005       |

表 B.2 (续)

| 序号 | 中文名称             | 英文名称                   | 定量限/(mg/kg) | 检出限/(mg/kg) |
|----|------------------|------------------------|-------------|-------------|
| 10 | 三氯杀螨醇            | Dicofol                | 0.01        | 0.005       |
| 11 | 氧氟丹              | Oxychlorthane          | 0.01        | 0.005       |
| 12 | <i>o,p'</i> -滴滴伊 | <i>o,p'</i> -DDE       | 0.01        | 0.005       |
| 13 | 硫丹 I             | $\alpha$ -Endosulfan   | 0.01        | 0.005       |
| 14 | <i>p,p'</i> -滴滴伊 | <i>p,p'</i> -DDE       | 0.01        | 0.005       |
| 15 | 狄氏剂              | Dieldrin               | 0.01        | 0.005       |
| 16 | 异狄氏剂             | Endrin                 | 0.01        | 0.005       |
| 17 | 乙酯杀螨醇            | Chlorobenzilate        | 0.01        | 0.005       |
| 18 | 硫丹 II            | $\beta$ -Endosulfan    | 0.01        | 0.005       |
| 19 | <i>p,p'</i> -滴滴涕 | <i>p,p'</i> -DDD       | 0.01        | 0.005       |
| 20 | <i>o,p'</i> -滴滴涕 | <i>o,p'</i> -DDT       | 0.01        | 0.005       |
| 21 | 异狄试剂醛            | Endrin aldehyde        | 0.025       | 0.012 5     |
| 22 | 硫丹硫酸酯            | Endosulfan sulfate     | 0.025       | 0.012 5     |
| 23 | <i>p,p'</i> -滴滴涕 | <i>p,p'</i> -DDT       | 0.01        | 0.005       |
| 24 | 生物吡啶菊酯           | Bioresmethrin          | 0.01        | 0.005       |
| 25 | 胺菊酯              | Tetramethrin           | 0.01        | 0.005       |
| 26 | 甲氧滴滴涕            | Methoxychlor           | 0.01        | 0.005       |
| 27 | 异狄试剂酮            | Endrin ketone          | 0.025       | 0.012 5     |
| 28 | 联苯菊酯             | Bifenthrin             | 0.01        | 0.005       |
| 29 | 甲氰菊酯             | Fenpropathion          | 0.025       | 0.012 5     |
| 30 | 苯醚菊酯             | Phenothrin             | 0.01        | 0.005       |
| 31 | 三氯杀螨酮            | Tetradifon             | 0.01        | 0.005       |
| 32 | 高效氟氯菊酯           | $\lambda$ -cyhalothrin | 0.025       | 0.012 5     |

表 B.2 (续)

| 序号 | 中文名称   | 英文名称           | 定量限/(mg/kg) | 检出限/(mg/kg) |
|----|--------|----------------|-------------|-------------|
| 33 | 氯菊酯    | Permethrin     | 0.025       | 0.012 5     |
| 34 | 氟氯氰菊酯  | Cyfluthrin     | 0.01        | 0.005       |
| 35 | 氯氰菊酯   | Cypermethrin   | 0.025       | 0.012 5     |
| 36 | 醚菊酯    | Etofenprox     | 0.01        | 0.005       |
| 37 | 氰戊菊酯   | Fenvalerate    | 0.025       | 0.012 5     |
| 38 | S-氰戊菊酯 | Esfenvalerate  | 0.025       | 0.012 5     |
| 39 | 氟胺氰菊酯  | Taufluvalinate | 0.025       | 0.012 5     |
| 40 | 溴氰菊酯   | Deltamethrin   | 0.025       | 0.012 5     |

附录 C  
(资料性附录)

果蔬中 40 种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收率范围、精密密度范围及定量限

果蔬中 40 种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收率范围、精密密度范围及定量限见表 C.1。

表 C.1 果蔬中 40 种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收率范围、精密密度范围及定量限 (LOQ)

| 序号 | 农药名称          | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |             |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g}/\text{g}$ ) |
|----|---------------|----------|--------------|--------|-------------|--------------------|--------------------------------------|------------|-------------|--------------|------------------------------------|
|    |               |          |              | 定量     | 定性          | 丰度比                |                                      |            |             |              |                                    |
| 1  | 四氯硝基苯         | 1        | 15.24        | 261    | 203、215、231 | 78 : 100 : 84 : 21 | 0.125~6.25                           | 0.996 6    | 70.0~111.0  | 5.10~19.08   | 0.01                               |
| 2  | 氟乐灵           | 2        | 16.15        | 306    | 264、335     | 100 : 74 : 9       | 0.125~6.25                           | 0.999 5    | 72.3~109.1  | 4.55~18.85   | 0.05                               |
| 3  | $\alpha$ -六六六 | 3        | 16.54        | 219    | 183、221、254 | 100 : 99 : 48 : 5  | 0.125~6.25                           | 0.998 7    | 73.1~115.5  | 7.52~19.78   | 0.01                               |
| 4  | 六氯苯           | 4        | 16.76        | 284    | 286、282、249 | 100 : 78 : 53 : 27 | 0.125~6.25                           | 0.996 9    | 71.4~109.2  | 5.36~19.34   | 0.01                               |
| 5  | $\beta$ -六六六  | 5        | 17.34        | 219    | 181、183、217 | 75 : 99 : 100 : 55 | 0.125~6.25                           | 0.999 0    | 70.7~110.4  | 7.46~18.82   | 0.01                               |
| 6  | 林丹            | 6        | 17.52        | 183    | 219、254、221 | 100 : 48 : 15 : 48 | 0.125~6.25                           | 0.999 1    | 70.5~113.5  | 6.29~20.65   | 0.05                               |
| 7  | 五氯硝基苯         | 7        | 17.69        | 295    | 237、249、265 | 90 : 100 : 88 : 39 | 0.125~6.25                           | 0.998 7    | 71.4~112.8  | 7.09~19.08   | 0.02                               |
| 8  | $\delta$ -六六六 | 8        | 18.31        | 219    | 217、181、254 | 98 : 78 : 100 : 10 | 0.125~6.25                           | 0.997 9    | 70.6~108.7  | 6.37~17.50   | 0.01                               |
| 9  | 七氟菊酯          | 9        | 18.57        | 177    | 197、161、199 | 100 : 27 : 4 : 9   | 0.125~6.25                           | 0.995 9    | 70.0~110.4  | 6.41~17.30   | 0.05                               |
| 10 | 七氯            | 10       | 19.98        | 272    | 237、337、372 | 100 : 39 : 29 : 12 | 0.125~6.25                           | 0.998 5    | 74.6~112.4  | 5.86~18.87   | 0.01                               |
| 11 | 艾氏剂           | 11       | 21.30        | 263    | 265、293、329 | 100 : 67 : 39 : 9  | 0.125~6.25                           | 0.998 3    | 70.5~111.7  | 6.73~19.84   | 0.02                               |
| 12 | 异艾氏剂          | 12       | 23.25        | 329    | 255、220     | 89 : 89 : 100      | 0.125~6.25                           | 0.999 0    | 73.1~108.9  | 7.32~18.68   | 0.02                               |
| 13 | 环氧七氯          | 13       | 23.95        | 353    | 317、388、263 | 100 : 8 : 9 : 15   | 0.125~6.25                           | 0.999 1    | 71.6~114.9  | 6.16~18.93   | 0.02                               |
| 14 | 反丙烯除虫菊酯       | 14       | 24.29        | 123    | 136、107、124 | 100 : 24 : 23 : 11 | 0.125~6.25                           | 0.997 2    | 70.5~110.1  | 5.39~16.85   | 0.02                               |
| 15 | $o,p'$ -滴滴伊   | 15       | 24.42        | 246    | 318、176、248 | 100 : 38 : 23 : 66 | 0.125~6.25                           | 0.997 5    | 72.3~112.2  | 5.30~19.43   | 0.02                               |
| 16 | $\alpha$ -硫丹  | 16       | 24.60        | 241    | 265、339、323 | 100 : 69 : 50 : 41 | 0.125~6.25                           | 0.997 0    | 75.0~114.7  | 6.71~20.05   | 0.05                               |
| 17 | 狄氏剂           | 17       | 25.82        | 263    | 277、380、345 | 100 : 79 : 38 : 37 | 0.125~6.25                           | 0.999 3    | 70.9~109.9  | 7.93~19.07   | 0.02                               |

表 C.1 (续)

| 序号 | 农药名称             | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |               |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|----|------------------|----------|--------------|--------|---------------|--------------------|-------------------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------------|
|    |                  |          |              | 定量     | 定性            | 丰度比                |                               |            |             |             |                             |
| 18 | <i>p,p'</i> -滴滴伊 | 18       | 25.94        | 318    | 316, 246, 248 | 86 : 67 : 100 : 66 | 0.125~6.25                    | 0.998 9    | 71.5~113.3  | 5.51~18.97  | 0.02                        |
| 19 | <i>o,p'</i> -滴滴滴 | 19       | 26.32        | 235    | 237, 199, 165 | 100 : 65 : 12 : 38 | 0.125~6.25                    | 0.998 9    | 70.1~117.8  | 5.86~19.70  | 0.02                        |
| 20 | 苯氧菊酯             | 20       | 26.90        | 116    | 206, 131      | 100 : 70 : 56      | 0.125~6.25                    | 0.997 1    | 73.6~111.7  | 4.48~17.09  | 0.05                        |
| 21 | $\beta$ -硫丹      | 21       | 27.31        | 241    | 265, 339, 323 | 100 : 6 : 55 : 16  | 0.125~6.25                    | 0.998 5    | 68.3~109.2  | 4.36~18.94  | 0.05                        |
| 22 | <i>p,p'</i> -滴滴滴 | 22       | 27.99        | 235    | 237, 199, 165 | 100 : 65 : 12 : 38 | 0.125~6.25                    | 0.996 7    | 78.1~119.6  | 7.48~19.53  | 0.02                        |
| 23 | 顺式-灭虫菊酯          | 23       | 31.30        | 171    | 143, 338      | 100 : 65 : 10      | 0.125~6.25                    | 0.994 4    | 70.1~116.5  | 7.54~17.14  | 0.05                        |
| 24 | 反式-灭虫菊酯          | 24       | 31.60        | 171    | 143, 338      | 100 : 65 : 10      | 0.125~6.25                    | 0.997 8    | 73.6~111.4  | 5.65~17.76  | 0.05                        |
| 25 | 异狄氏剂(酮)          | 25       | 32.25        | 317    | 345, 281, 309 | 100 : 24 : 34 : 9  | 0.125~6.25                    | 0.998 7    | 70.4~106.7  | 6.07~18.61  | 0.02                        |
| 26 | 胺菊酯 I            | 26       | 32.65        | 164    | 135, 165      | 100 : 5 : 100      | 0.125~6.25                    | 0.995 5    | 78.5~122.4  | 7.11~17.44  | 0.05                        |
|    | 胺菊酯 II           | 27       | 33.09        | 164    | 135, 165      | 100 : 4 : 11       |                               |            |             |             |                             |
| 27 | 联苯菊酯             | 28       | 33.17        | 181    | 165, 166, 182 | 100 : 26 : 27 : 16 | 0.365~18.75                   | 0.997 6    | 71.5~109.8  | 5.23~22.78  | 0.05                        |
| 28 | 甲氧菊酯             | 29       | 33.42        | 265    | 181, 349, 334 | 41 : 100 : 11 : 4  | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 73.5~113.9  | 7.52~17.52  | 0.05                        |
| 29 | 苯醚菊酯 I           | 30       | 34.21        | 123    | 183, 350, 168 | 100 : 83 : 7 : 9   | 0.125~6.25                    | 0.998 3    | 78.4~124.0  | 4.90~16.82  | 0.05                        |
|    | 苯醚菊酯 II          | 31       | 34.55        | 123    | 183, 350, 168 | 100 : 69 : 6 : 7   |                               |            |             |             |                             |
| 30 | 灭蚊灵              | 32       | 35.02        | 272    | 237, 274      | 100 : 50 : 80      | 0.125~6.25                    | 0.999 2    | 71.7~108.9  | 6.35~17.96  | 0.05                        |
| 31 | 氟氰菊酯             | 33       | 36.29        | 181    | 197, 141      | 100 : 80 : 22      | 0.125~6.25                    | 0.998 1    | 80.1~116.6  | 5.58~21.54  | 0.02                        |
| 32 | 氟丙菊酯             | 34       | 37.10        | 181    | 289, 247, 208 | 100 : 39 : 14 : 63 | 0.125~6.25                    | 0.997 6    | 71.1~111.1  | 5.33~11.74  | 0.05                        |
| 33 | 氯菊酯 I            | 35       | 38.20        | 183    | 184, 255, 165 | 100 : 15 : 2 : 20  | 0.125~6.25                    | 0.997 7    | 75.3~119.4  | 6.06~17.07  | 0.02                        |
|    | 氯菊酯 II           | 36       | 38.62        | 183    | 184, 255, 165 | 100 : 15 : 2 : 17  |                               |            |             |             |                             |
| 34 | 氟氯氰菊酯 I          | 37       | 40.16        | 199    | 225, 181, 157 | 100 : 6 : 4 : 4    |                               |            |             |             |                             |
|    | 氟氯氰菊酯 II         | 38       | 40.48        | 199    | 225, 181, 157 | 100 : 6 : 3 : 4    |                               |            |             |             |                             |
|    | 氟氯氰菊酯 III        | 39       | 40.69        | 199    | 225, 181, 157 | 100 : 5 : 3 : 4    | 0.125~6.25                    | 0.996 0    | 77.7~119.4  | 7.49~21.22  | 0.10                        |
|    | 氟氯氰菊酯 IV         | 40       | 40.84        | 199    | 225, 181, 157 | 100 : 6 : 4 : 5    |                               |            |             |             |                             |

表 C.1 (续)

| 序号 | 农药名称     | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |               |                    | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|----|----------|----------|--------------|--------|---------------|--------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------------|
|    |          |          |              | 定量     | 定性            | 丰度比                |            |             |             |                             |
| 35 | 氯氟菊酯 I   | 41       | 41.05        | 181    | 152, 180      | 100 : 16 : 19      |            |             |             |                             |
|    | 氯氟菊酯 II  | 42       | 41.39        | 181    | 152, 180      | 100 : 16 : 19      | 0.998 0    | 73.1~115.5  | 7.63~20.43  | 0.10                        |
|    | 氯氟菊酯 III | 43       | 41.60        | 181    | 152, 180      | 100 : 17 : 20      |            |             |             |                             |
|    | 氯氟菊酯 IV  | 44       | 41.80        | 181    | 152, 180      | 100 : 17 : 19      |            |             |             |                             |
| 36 | 氟氯戊菊酯 I  | 45       | 41.83        | 199    | 157, 225      | 100 : 62 : 19      | 0.996 6    | 68.0~115.2  | 6.11~16.46  | 0.05                        |
|    | 氟氯戊菊酯 II | 46       | 42.44        | 199    | 157, 225      | 100 : 65 : 20      |            |             |             |                             |
| 37 | 氟戊菊酯 I   | 47       | 43.77        | 167    | 225, 152, 209 | 100 : 49 : 54 : 18 | 0.995 9    | 72.4~117.4  | 7.76~17.81  | 0.02                        |
|    | 氟戊菊酯 II  | 48       | 44.43        | 167    | 225, 152, 209 | 100 : 51 : 48 : 28 |            |             |             |                             |
| 38 | 氟胺菊酯 I   | 49       | 44.59        | 250    | 252, 181, 502 | 100 : 34 : 20 : 10 | 0.997 7    | 71.2~115.2  | 6.61~20.46  | 0.05                        |
|    | 氟胺菊酯 II  | 50       | 44.83        | 250    | 252, 181, 502 | 100 : 33 : 20 : 10 |            |             |             |                             |
| 39 | 四溴菊酯     | 51       | 46.08        | 181    | 172, 174, 152 | 100 : 28 : 26 : 15 | 0.998 2    | 73.5~109.2  | 5.30~20.01  | 0.05                        |
| 40 | 溴氟菊酯     | 52       | 46.1         | 181    | 172, 174, 209 | 100 : 33 : 32 : 86 | 0.999 1    | 69.8~106.5  | 4.04~15.56  | 0.05                        |

附 录 D  
(资料性附录)

果蔬中 40 种农药残留量测定的选择监测离子时间设定参数表

果蔬中 40 种农药残留量测定的选择监测离子时间设定参数见表 D.1。

表 D.1 果蔬中 40 种农药残留量测定的选择监测离子时间设定参数表

| 序号 | 时间/<br>min | 选 择 离 子                     | 驻留时间/<br>ms |
|----|------------|-----------------------------|-------------|
| 1  | 10.00      | 261,306,219,284,295,177     | 100         |
| 2  | 19.00      | 272,263,353,373,123,246,241 | 40          |
| 3  | 25.20      | 263,318,235,116,241,235     | 100         |
| 4  | 29.00      | 171,317,164,181,349,123,281 | 80          |
| 5  | 35.00      | 181,183                     | 300         |
| 6  | 39.00      | 199,181                     | 300         |
| 7  | 43.00      | 167,250,181,209             | 150         |

附录 E  
(资料性附录)  
果蔬中 40 种农药标准物气相色谱-质谱选择离子色谱图  
果蔬中 40 种农药标准物气相色谱-质谱选择离子色谱图见图 E. 1。

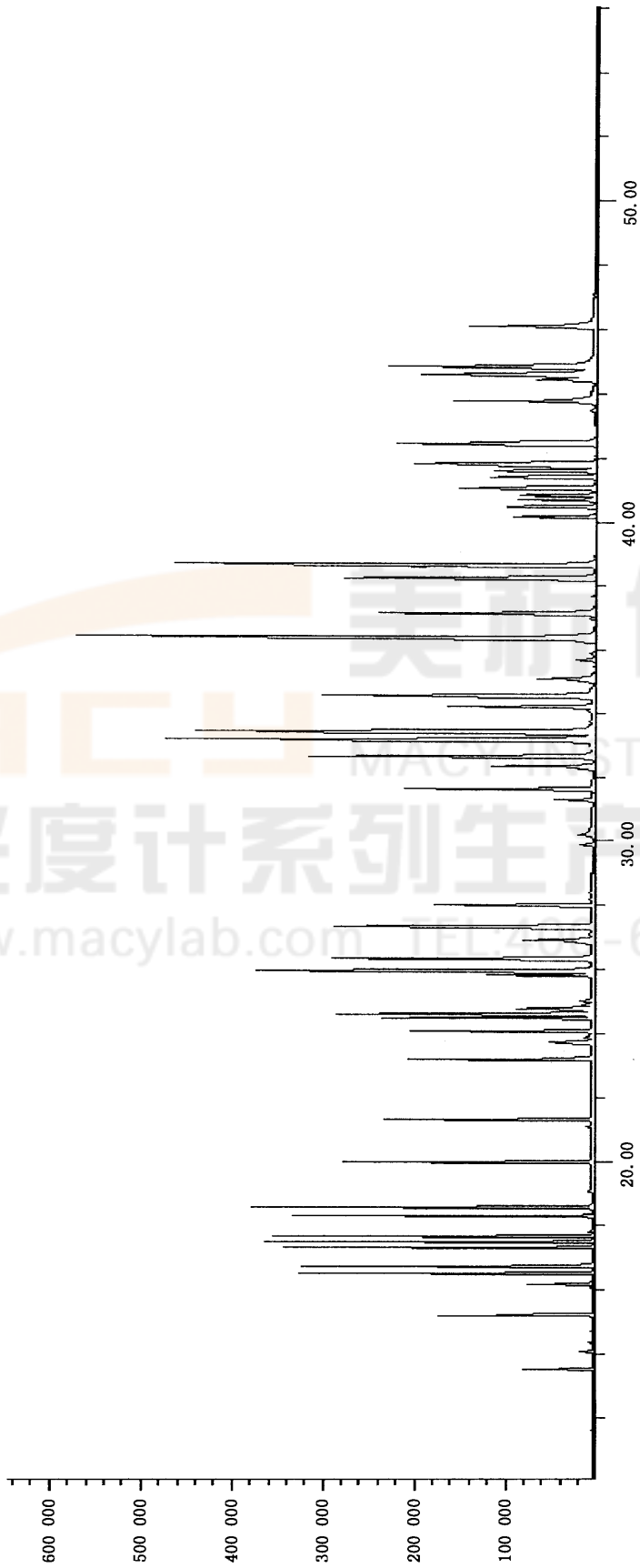


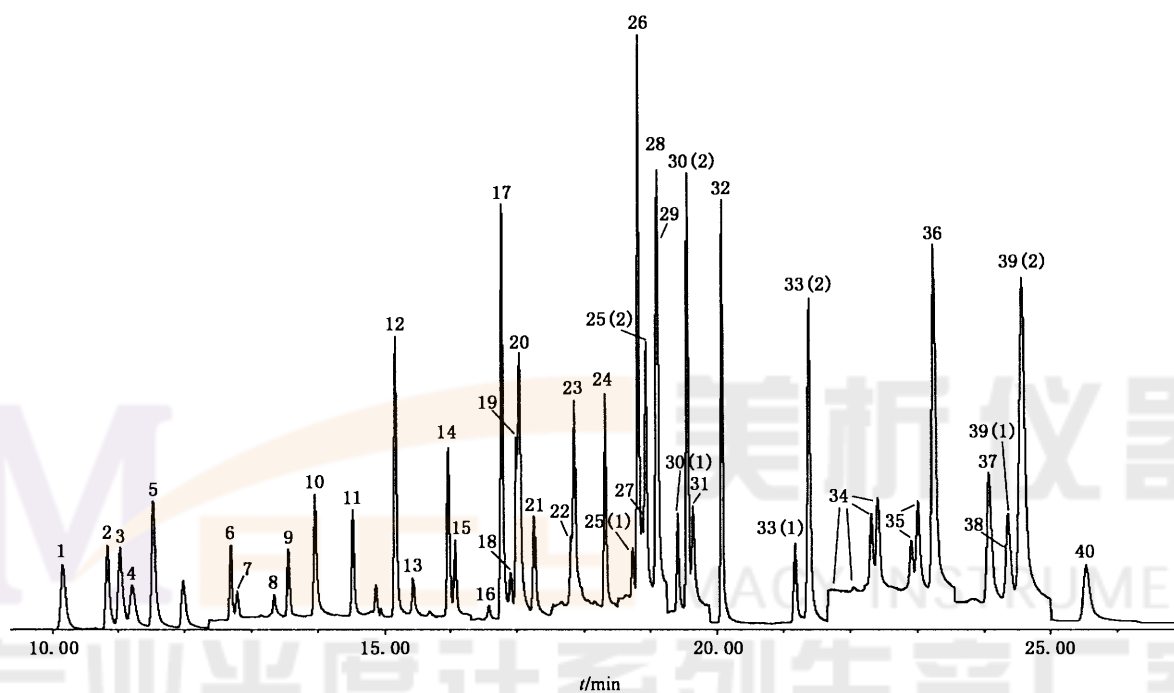
图 E. 1 果蔬中 40 种农药标准物气相色谱-质谱选择离子色谱图

## 附录 F

### (资料性附录)

#### 浓缩果汁中 40 种农药混合标准工作溶液的总离子流色谱图

浓缩果汁中 40 种农药混合标准工作溶液的总离子流色谱图见图 F.1。



- |                        |                        |              |
|------------------------|------------------------|--------------|
| 1——甲体六六六；              | 15——狄氏剂；               | 29——甲氰菊酯；    |
| 2——乙体六六六；              | 16——异狄氏剂；              | 30——苯醚菊酯；    |
| 3——五氯酚；                | 17——乙酯杀螨醇；             | 31——三氯杀螨砜；   |
| 4——林丹；                 | 18——硫丹Ⅱ；               | 32——高效氯氟氰菊酯； |
| 5——五氯硝基苯；              | 19—— <i>p,p'</i> -滴滴涕； | 33——氯菊酯；     |
| 6——丁体六六六；              | 20—— <i>o,p'</i> -滴滴涕； | 34——氟氯氰菊酯；   |
| 7——百菌清；                | 21——异狄氏剂醛；             | 35——氯氰菊酯；    |
| 8——七氯；                 | 22——硫丹硫酸酯；             | 36——醚菊酯；     |
| 9——艾氏剂；                | 23—— <i>p,p'</i> -滴滴涕； | 37——氰戊菊酯；    |
| 10——三氯杀螨醇；             | 24——生物吡啶菊酯；            | 38——S-氰戊菊酯；  |
| 11——氧氯丹；               | 25——胺菊酯；               | 39——氟胺氰菊酯；   |
| 12—— <i>o,p'</i> -滴滴涕； | 26——甲氧滴滴涕；             | 40——溴氰菊酯。    |
| 13——硫丹Ⅰ；               | 27——异狄氏剂酮；             |              |
| 14—— <i>p,p'</i> -滴滴涕； | 28——联苯菊酯；              |              |

图 F.1 浓缩果汁中 40 种农药混合标准工作溶液的总离子流色谱图



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类  
农药多种残留量的测定

GB/T 5009.146—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

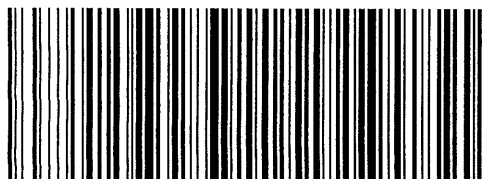
开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 43 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066 • 1-36152 定价 22.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.146-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.162—2008  
代替 GB/T 5009.162—2003

## 动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯 农药多组分残留量的测定

Determination of organochlorine pesticide and pyrethroid pesticide  
multiresidues in animal original foods

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

目 次

前言 ..... III  
1 范围 ..... 1

第一法 气相色谱-质谱法

2 原理 ..... 1  
3 试剂 ..... 1  
4 仪器 ..... 3  
5 分析步骤 ..... 3  
6 结果计算 ..... 5  
7 精密度 ..... 5

第二法 气相色谱-电子捕获检测器法(GC-ECD)

8 原理 ..... 5  
9 试剂 ..... 5  
10 仪器 ..... 6  
11 分析步骤 ..... 6  
12 结果计算 ..... 8  
13 精密度 ..... 8  
附录 A (资料性附录) 第一法(GC-MS)中各目标化合物时间窗口及定量离子 ..... 9  
附录 B (资料性附录) 色谱图 ..... 11  
附录 C (资料性附录) 方法的不确定度 ..... 16

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.162—2003《动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯农药多组分残留量的测定》。

本标准与 GB/T 5009.162—2003 相比主要修改如下：

- 将 GB/T 5009.162—2003 方法作为本标准的第二法。
- 增加以稳定性同位素六氯苯和灭蚁灵为内标的气相色谱-质谱法(GC-MS)作为阳性样品的确证方法(第一法),且增加六氯苯,灭蚁灵,氯丹的异构体顺氯丹、反氯丹及其代谢产物氧氯丹,硫丹的异构体  $\alpha$ -硫丹、 $\beta$ -硫丹和硫丹硫酸盐,异狄氏剂及其裂解产物异狄氏剂醛和光解产物异狄氏剂酮,五氯硝基苯及其代谢产物五氯苯基硫醚和五氯苯胺,丙烯菊酯,杀螨蟥及甲氰菊酯组分的检测。
- 提供全自动凝胶渗透色谱系统进行净化的方法,供选择使用。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准负责起草单位:中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准主要起草人:第一法,吴永宁、王绪卿、赵云峰、陈惠京、杨欣、杨大进;第二法,王绪卿、陈惠京、林媛真。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5009.162—2003。

## 动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯 农药多组分残留量的测定

### 1 范围

本标准第一法规定了动物性食品中六六六、滴滴涕、六氯苯、七氯、环氧七氯、氯丹、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、灭蚁灵、五氯硝基苯、硫丹、除螨酯、丙烯菊酯、杀螨酯、杀螨酯、胺菊酯、甲氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的气相色谱-质谱(GC-MS)测定方法。

本标准第二法规定了动物性食品中六六六、滴滴涕、五氯硝基苯、七氯、环氧七氯、艾氏剂、狄氏剂、除螨酯、杀螨酯、胺菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、 $\alpha$ -氰戊菊酯、溴氰菊酯的气相色谱-电子捕获器(GC-ECD)测定方法。

本标准第一法适用于肉类、蛋类、乳类食品及油脂(含植物油)中 $\alpha$ -六六六、六氯苯、 $\beta$ -六六六、 $\gamma$ -六六六、五氯硝基苯、 $\delta$ -六六六、五氯苯胺、七氯、五氯苯基硫醚、艾氏剂、氧氯丹、环氧七氯、反氯丹、 $\alpha$ -硫丹、顺氯丹、 $p,p'$ -滴滴伊、狄氏剂、异狄氏剂、 $\beta$ -硫丹、 $p,p'$ -滴滴滴、 $o,p'$ -滴滴涕、异狄氏剂醛、硫丹硫酸盐、 $p,p'$ -滴滴涕、异狄氏剂酮、灭蚁灵、除螨酯、丙烯菊酯、杀螨酯、杀螨酯、胺菊酯、甲氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的确证分析。

本标准第二法适用于肉类、蛋类及乳类动物性食品中 $\alpha$ -六六六、 $\beta$ -六六六、 $\gamma$ -六六六、 $\delta$ -六六六、五氯硝基苯、七氯、环氧七氯、艾氏剂、狄氏剂、除螨酯、杀螨酯、 $p,p'$ -滴滴伊、 $p,p'$ -滴滴滴、 $o,p'$ -滴滴涕、 $p,p'$ -滴滴涕、胺菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、 $\alpha$ -氰戊菊酯、溴氰菊酯等20种常用有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量分析。

本标准第一法的各种农药检出限( $\mu\text{g/kg}$ )为: $\alpha$ -六六六 0.20;六氯苯 0.20; $\beta$ -六六六 0.20; $\gamma$ -六六六 0.20;五氯硝基苯 0.50; $\delta$ -六六六 0.20;五氯苯胺 0.50;七氯 0.50;五氯苯基硫醚 0.50;艾氏剂 0.50;氧氯丹 0.20;环氧七氯 0.50;反氯丹 0.20; $\alpha$ -硫丹 0.50;顺氯丹 0.20; $p,p'$ -滴滴伊 0.20;狄氏剂 0.20;异狄氏剂 0.50; $\beta$ -硫丹 0.50; $p,p'$ -滴滴滴 0.20; $o,p'$ -滴滴涕 0.20;异狄氏剂醛 0.50;硫丹硫酸盐 0.50; $p,p'$ -滴滴涕 0.20;异狄氏剂酮 0.50;灭蚁灵 0.20;除螨酯 0.50;丙烯菊酯 0.50;杀螨酯 0.50;杀螨酯 0.50;胺菊酯 1.00;甲氰菊酯 1.00;氯菊酯 1.00;氯氰菊酯 2.00;氰戊菊酯 2.00;溴氰菊酯 2.00。

本标准第二法的各种农药检出限( $\mu\text{g/kg}$ )为: $\alpha$ -六六六 0.25; $\beta$ -六六六 0.50; $\gamma$ -六六六 0.25; $\delta$ -六六六 0.25;五氯硝基苯 0.25;七氯 0.50;环氧七氯 0.50;艾氏剂 0.25;狄氏剂 0.50;除螨酯 1.25;杀螨酯 1.25; $p,p'$ -滴滴涕 0.50; $o,p'$ -滴滴涕 0.50; $p,p'$ -滴滴伊 0.60; $p,p'$ -滴滴滴 0.75;胺菊酯 12.50;氯菊酯 7.50;氯氰菊酯 2.00; $\alpha$ -氰戊菊酯 2.50;溴氰菊酯 2.50。

### 第一法 气相色谱-质谱法

### 2 原理

在均匀的试样溶液中定量加入 $^{13}\text{C}$ -六氯苯和 $^{13}\text{C}$ -灭蚁灵稳定性同位素内标,经有机溶剂振荡提取、凝胶色谱层析净化,采用选择离子监测的气相色谱-质谱法(GC-MS)测定,以内标法定量。

### 3 试剂

3.1 丙酮( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ):分析纯,重蒸。

3.2 石油醚:沸程 30℃~60℃,分析纯,重蒸。

3.3 乙酸乙酯( $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ ):分析纯,重蒸。

3.4 环己烷( $\text{C}_6\text{H}_{12}$ ):分析纯,重蒸。

3.5 正己烷( $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ ):分析纯,重蒸。

3.6 氯化钠( $\text{NaCl}$ ):分析纯。

3.7 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ):分析纯,将无水硫酸钠置于干燥箱中,于  $120\text{ }^\circ\text{C}$  干燥 4 h,冷却后,密闭保存。

3.8 凝胶:Bio-Beads S-X3 200 目~400 目。

3.9 农药标准品:见表 1。

表 1 农药标准品

| 序号    | 农药组分          | 英文名称                                          | 农药纯度 |
|-------|---------------|-----------------------------------------------|------|
| 有机氯农药 |               |                                               |      |
| 1     | $\alpha$ -六六六 | $\alpha$ -benzenehexachloride( $\alpha$ -HCH) | >99% |
| 2     | 六氯苯           | Hexachlorobenzene(HCB)                        | >99% |
| 3     | $\beta$ -六六六  | $\beta$ -benzenehexachloride( $\beta$ -HCH)   | >99% |
| 4     | $\gamma$ -六六六 | $\gamma$ -benzenehexachloride( $\gamma$ -HCH) | >99% |
| 5     | 五氯硝基苯         | Pentachloronitrobenzene(PCNB)                 | >99% |
| 6     | $\delta$ -六六六 | $\delta$ -benzenehexachloride( $\delta$ -HCH) | >99% |
| 7     | 五氯苯胺          | Pentachloraniline(PCA)                        | >99% |
| 8     | 七氯            | Heptachlor(HEPT)                              | >99% |
| 9     | 五氯苯基硫醚        | Pentachlorophenyl sulfide(PCPs)               | >99% |
| 10    | 艾氏剂           | Aldrin(ALD)                                   | >99% |
| 11    | 氧氯丹           | Oxychlordane                                  | >99% |
| 12    | 环氧七氯          | Heptachlor epoxide(HCE)                       | >99% |
| 13    | 反氯丹           | <i>trans</i> -chlordane                       | >99% |
| 14    | $\alpha$ -硫丹  | $\alpha$ -endosulfan                          | >99% |
| 15    | 顺氯丹           | <i>cis</i> -chlordane                         | >99% |
| 16    | $p,p'$ -滴滴伊   | $p,p'$ -DDE                                   | >99% |
| 17    | 狄氏剂           | Dieldrin(DIE)                                 | >99% |
| 18    | 异狄氏剂          | Endrin                                        | >99% |
| 19    | $\beta$ -硫丹   | $\beta$ -endosulfan                           | >99% |
| 20    | $p,p'$ -滴滴滴   | $p,p'$ -DDD                                   | >99% |
| 21    | $o,p'$ -滴滴涕   | $o,p'$ -DDT                                   | >99% |
| 22    | 异狄氏剂醛         | Endrin aldehyde                               | >99% |
| 23    | 硫丹硫酸盐         | Endosulfan sulfate                            | >99% |
| 24    | $p,p'$ -滴滴涕   | $p,p'$ -DDT                                   | >99% |
| 25    | 异狄氏剂酮         | Endrin ketone                                 | >99% |
| 26    | 灭蚊灵           | Mirex                                         | >99% |

表 1 (续)

| 序号    | 农药组分                      | 英文名称                                                          | 农药纯度 |
|-------|---------------------------|---------------------------------------------------------------|------|
| 拟除虫菊酯 |                           |                                                               |      |
| 27    | 除螨酯                       | Fenson                                                        | >99% |
| 28    | 丙烯菊酯                      | Allethrin                                                     | >99% |
| 29    | 杀螨蟥                       | 2,4-dichlorophenyl benzensulfonate                            | >99% |
| 30    | 杀螨酯                       | Ovex                                                          | >99% |
| 31    | 胺菊酯                       | Tetramethrin                                                  | >99% |
| 32    | 甲氧菊酯                      | Fenpropathrin                                                 | >99% |
| 33    | 氯菊酯                       | Permethrin                                                    | >99% |
| 34    | 氰菊酯                       | Cypermethrin                                                  | >99% |
| 35    | 氰戊菊酯                      | Fenraterate                                                   | >99% |
| 36    | 溴氰菊酯                      | Deltamethrin                                                  | >99% |
| 同位素内标 |                           |                                                               |      |
| 37    | $^{13}\text{C}_6$ -六氯苯    | $^{13}\text{C}_6$ -hexachlorobenzene( $^{13}\text{C}_6$ -HCB) | >99% |
| 38    | $^{13}\text{C}_{10}$ -灭蚁灵 | $^{13}\text{C}_{10}$ -mirex ( $^{13}\text{C}_{13}$ -mirex)    | >99% |

3.10 标准溶液:分别准确称取上述农药标准品适量,用少量苯溶解,再用正己烷稀释成一定浓度的标准储备溶液。量取适量标准储备溶液,用正己烷稀释为系列混合标准溶液。

3.11 内标溶液:将浓度为 1 000 mg/L、体积为 1 mL 的 $^{13}\text{C}_6$ -六氯苯和 $^{13}\text{C}_{10}$ -灭蚁灵稳定性同位素内标溶液转移至容量瓶中,分别用正己烷定容至 10.00 mL,配制成 100 mg/L 的标准储备液, -20℃ 冰箱保存。取此标准储备液 0.6 mL, 分别用正己烷定容至 10.00 mL, 配制成 6.0 mg/L 的标准工作液。

#### 4 仪器

- 4.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)。
- 4.2 凝胶净化柱:长 30 cm、内径 2.3 cm~2.5 cm 具活塞玻璃层析柱,柱底垫少许玻璃棉。用洗脱剂乙酸乙酯-环己烷(1+1)浸泡的凝胶,以湿法装入柱中,柱高约 26 cm,使凝胶始终保持在洗脱剂中。
- 4.3 全自动凝胶色谱系统,带有固定波长(254 nm)紫外检测器,供选择使用。
- 4.4 旋转蒸发仪。
- 4.5 组织匀浆器。
- 4.6 振荡器。
- 4.7 氮气浓缩器。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试样制备

蛋品去壳,制成匀浆;肉品去筋后,切成小块,制成肉糜;乳品混匀待用。

##### 5.2 提取与分配

5.2.1 蛋类:称取试样 20 g(精确到 0.01 g),置于 200 mL 具塞三角瓶中,加水 5 mL(视试样水分含量加水,使总含水量约 20 g。通常鲜蛋水分含量约 75%,加水 5 mL 即可),加入 $^{13}\text{C}_6$ -六氯苯(6 mg/L)和

$^{13}\text{C}_{10}$ -灭蚊灵 (6 mg/L) 各 5  $\mu\text{L}$ , 加入 40 mL 丙酮, 振摇 30 min 后, 加入氯化钠 6 g, 充分摇匀, 再加入 30 mL 石油醚, 振摇 30 min。静置分层后, 将有机相全部转移至 100 mL 具塞三角瓶中经无水硫酸钠干燥, 并量取 35 mL 于旋转蒸发瓶中, 浓缩至约 1 mL, 加 2 mL 乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液再浓缩, 如此重复 3 次, 浓缩至约 1 mL, 供凝胶色谱层析净化使用, 或将浓缩液转移至全自动凝胶渗透色谱系统配套的进样试管中, 用乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液洗涤旋转蒸发瓶数次, 将洗涤液合并至试管中, 定容至 10 mL。

5.2.2 肉类: 称取试样 20 g (精确到 0.01 g), 加水 6 mL (视试样水分含量加水, 使总含水量约为 20 g。通常鲜肉水分含量约 70%, 加水 6 mL 即可), 加入  $^{13}\text{C}_6$ -六氯苯 (6 mg/L) 和  $^{13}\text{C}_{10}$ -灭蚊灵 (6 mg/L) 各 5  $\mu\text{L}$ , 再加入 40 mL 丙酮, 振摇 30 min。其余操作与 5.2.1 从“加入氯化钠 6 g”开始的蛋类操作相同, 按照执行。

5.2.3 乳类: 称取试样 20 g (精确到 0.01 g)。鲜乳不需加水, 直接加丙酮提取, 加入  $^{13}\text{C}_6$ -六氯苯 (6 mg/L) 和  $^{13}\text{C}_{10}$ -灭蚊灵 (6 mg/L) 各 5  $\mu\text{L}$ , 再加入 40 mL 丙酮, 振摇 30 min。其余操作与 5.2.1 从“加入氯化钠 6 g”开始的蛋类操作相同, 按照执行。

5.2.4 油脂: 称取 1 g (精确到 0.01 g), 加  $^{13}\text{C}_6$ -六氯苯 (6 mg/L) 和  $^{13}\text{C}_{10}$ -灭蚊灵 (6 mg/L) 各 5  $\mu\text{L}$ , 加入 30 mL 石油醚振摇 30 min 后, 将有机相全部转移至旋转蒸发瓶中, 浓缩至约 1 mL, 加入 2 mL 乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液再浓缩, 如此重复 3 次, 浓缩至约 1 mL, 供凝胶色谱层析净化使用, 或将浓缩液转移至全自动凝胶渗透色谱系统配套的进样试管中, 用乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液洗涤旋转蒸发瓶数次, 将洗涤液合并至试管中, 定容至 10 mL。

### 5.3 净化

选择手动或全自动净化方法的任何一种进行。

5.3.1 手动凝胶色谱柱净化: 将试样浓缩液经凝胶柱以乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液洗脱, 弃去 0 mL~35 mL 流分, 收集 35 mL~70 mL 流分。将其旋转蒸发浓缩至约 1 mL, 再重复上述步骤, 收集 35 mL~70 mL 流分, 蒸发浓缩, 用氮气吹除溶剂, 再用正己烷定容至 1 mL, 留待 GC-MS 分析。

5.3.2 全自动凝胶渗透色谱系统(GPC)净化: 试样由 5 mL 试样环注入 GPC 柱, 泵流速 5.0 mL/min, 用乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液洗脱, 时间程序为: 弃去 0 min~7.5 min 流分, 收集 7.5 min~15 min 流分, 15 min~20 min 冲洗 GPC 柱。将收集的流分旋转蒸发浓缩至约 1 mL, 用氮气吹至近干, 以正己烷定容至 1 mL, 留待 GC-MS 分析。

### 5.4 测定

#### 5.4.1 气相色谱参考条件

5.4.1.1 色谱柱: CP-sil 8 毛细管柱或等效柱, 柱长 30 m, 膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ , 内径 0.25 mm。

5.4.1.2 进样口温度: 230  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.1.3 柱温程序: 初始温度 50  $^{\circ}\text{C}$ , 保持 1 min, 以 30  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 150  $^{\circ}\text{C}$ , 再以 5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 185  $^{\circ}\text{C}$ , 然后以 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 280  $^{\circ}\text{C}$ , 保持 10 min。

5.4.1.4 进样方式: 不分流进样, 不分流阀关闭时间 1 min。

5.4.1.5 进样量: 1  $\mu\text{L}$ 。

5.4.1.6 载气: 使用高纯氮气 (纯度 > 99.999%), 柱前压为 41.4 kPa (相当于 6 psi)。

#### 5.4.2 质谱参数

5.4.2.1 离子化方式: 电子轰击源(EI), 能量为 70 eV。

5.4.2.2 离子检测方式: 选择离子监测(SIM), 各组分选择的特征离子参见附录 A。

5.4.2.3 离子源温度: 250  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.2.4 接口温度: 285  $^{\circ}\text{C}$ 。

- 5.4.2.5 分析器电压:450 V。  
 5.4.2.6 扫描质量范围:50 u~450 u。  
 5.4.2.7 溶剂延迟:9 min。  
 5.4.2.8 扫描速度:每秒扫描 1 次。

#### 5.4.3 测定

吸取试样溶液 1 μL 进样,记录色谱图(参见附录 B)及各目标化合物和内标的峰面积,计算目标化合物与相应内标的峰面积比。

### 6 结果计算

试样中各农药组分的含量按式(1)进行计算:

$$X = \frac{A \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中各农药组分的含量,单位为微克每千克(μg/kg);

A——试样色谱峰与内标色谱峰的峰面积比值对应的目标化合物质量,单位为纳克(ng);

f——试样溶液的稀释因子;

m——试样的取样量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

### 7 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 20%,方法测定不确定度参见附录 C。

## 第二法 气相色谱-电子捕获检测器法(GC-ECD)

### 8 原理

样品经提取、净化、浓缩、定容,用毛细管柱气相色谱分离,电子捕获检测器检测,以保留时间定性,外标法定量。出峰顺序:α-HCH、β-HCH、γ-HCH、五氯硝基苯、δ-HCH、七氯、艾氏剂、除虫酯、环氧七氯、杀螨酯、狄氏剂、p,p'-DDE、p,p'-DDD、o,p'-DDT、p,p'-DDT、胺菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、α-氰戊菊酯、溴氰菊酯。

### 9 试剂

- 9.1 丙酮:重蒸。  
 9.2 二氯甲烷:重蒸。  
 9.3 乙酸乙酯:重蒸。  
 9.4 环己烷:重蒸。  
 9.5 正己烷:重蒸。  
 9.6 石油醚:沸程 30 ℃~60 ℃,分析纯,重蒸。  
 9.7 氯化钠。  
 9.8 无水硫酸钠。  
 9.9 凝胶:Bio-Beads S-X3 200 目~400 目。  
 9.10 农药标准品:见表 2。

表 2 农药标准品一览表

| 序号 | 农药组分           | 英文名称                  | 纯度   |
|----|----------------|-----------------------|------|
| 1  | $\alpha$ -六六六  | $\alpha$ -HCH         | >99% |
| 2  | $\beta$ -六六六   | $\beta$ -HCH          | >99% |
| 3  | $\gamma$ -六六六  | $\gamma$ -HCH         | >99% |
| 4  | $\delta$ -六六六  | $\delta$ -HCH         | >99% |
| 5  | $p, p'$ -滴滴涕   | $p, p'$ -DDT          | >99% |
| 6  | $o, p'$ -滴滴涕   | $o, p'$ -DDT          | >99% |
| 7  | $p, p'$ -滴滴伊   | $p, p'$ -DDE          | >99% |
| 8  | $p, p'$ -滴滴滴   | $p, p'$ -DDD          | >99% |
| 9  | 五氯硝基苯          | Quintozene            | >99% |
| 10 | 七氯             | Heptachlor            | >99% |
| 11 | 环氧七氯           | Heptachlor epoxide    | >99% |
| 12 | 艾氏剂            | Aldrin                | >99% |
| 13 | 狄氏剂            | Dieldrin              | >99% |
| 14 | 除螨酯            | Fenson                | >99% |
| 15 | 杀螨酯            | Chlorfenson           | >99% |
| 16 | 胺菊酯            | Phthalthrin           | >99% |
| 17 | 氯菊酯            | Permethrin            | >99% |
| 18 | 氯氰菊酯           | Cypermethrin          | >99% |
| 19 | $\alpha$ -氰戊菊酯 | $\alpha$ -fenvalerate | >99% |
| 20 | 溴氰菊酯           | Deltamethrin          | >99% |

9.11 标准溶液:分别准确称取表 2 中标准品,用少量苯溶解,再以正己烷稀释成一定浓度的储备液。根据各农药在仪器上的响应情况,以正己烷配制混合标准应用液。

## 10 仪器

10.1 气相色谱仪:具电子捕获检测器,毛细管色谱柱。

10.2 旋转蒸发器。

10.3 凝胶净化柱:长 30 cm、内径 2.5 cm 具活塞玻璃层析柱,柱底垫少许玻璃棉。用洗脱剂乙酸乙酯-环己烷(1+1)浸泡的凝胶以湿法装入柱中,柱高约 26 cm,使凝胶始终保持在洗脱液中。

## 11 分析步骤

### 11.1 试样制备

蛋品去壳,制成匀浆;肉品去筋后,切成小块,制成肉糜;乳品混匀待用。

### 11.2 提取与分配

11.2.1 称取蛋类样品 20 g(精确至 0.01 g),于 100 mL 具塞三角瓶中,加水 5 mL(视样品水分含量加水,使总水量约 20 g。通常鲜蛋水分含量约 75%,加水 5 mL 即可),加 40 mL 丙酮,振摇 30 min,加氯化钠 6 g,充分摇匀,再加 30 mL 石油醚,振摇 30 min。取 35 mL 上清液,经无水硫酸钠滤于旋转蒸发瓶中,浓缩至约 1 mL,加 2 mL 乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液再浓缩,如此重复 3 次,浓缩至约 1 mL。

11.2.2 称取肉类样品 20 g(精确至 0.01 g),加水 6 mL(视样品水分含量加水,使总水量约 20 g。通常鲜肉水分含量约 70%,加水 6 mL 即可),以下按照 11.2.1 蛋类样品的提取、分配步骤处理。

11.2.3 称取乳类样品 20 g(精确至 0.01 g。鲜乳不需加水,直接加丙酮提取),以下按照 11.2.1 蛋类样品的提取、分配步骤处理。

### 11.3 净化

将此浓缩液经凝胶柱以乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液洗脱,弃去 0 mL~35 mL 流分,收集 35 mL~70 mL 流分。将其旋转蒸发浓缩至约 1 mL,再经凝胶柱净化收集 35 mL~70 mL 流分,蒸发浓缩,用氮气吹除溶剂,以石油醚定容至 1 mL,留待 GC 分析。

### 11.4 测定

#### 11.4.1 气相色谱参考条件

11.4.1.1 色谱柱:涂以 OV-101 0.25  $\mu\text{m}$ , 30 m $\times$ 0.32 mm(内径)石英弹性毛细管柱。

11.4.1.2 柱温:程序升温

60  $^{\circ}\text{C}$ (1 min) $\xrightarrow{40\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 170  $^{\circ}\text{C}$  $\xrightarrow{2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 235  $^{\circ}\text{C}$  $\xrightarrow{40\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 280  $^{\circ}\text{C}$ (10 min)。

11.4.1.3 进样口温度:270  $^{\circ}\text{C}$ 。

11.4.1.4 检测器:电子捕获检测器(ECD),300  $^{\circ}\text{C}$ 。

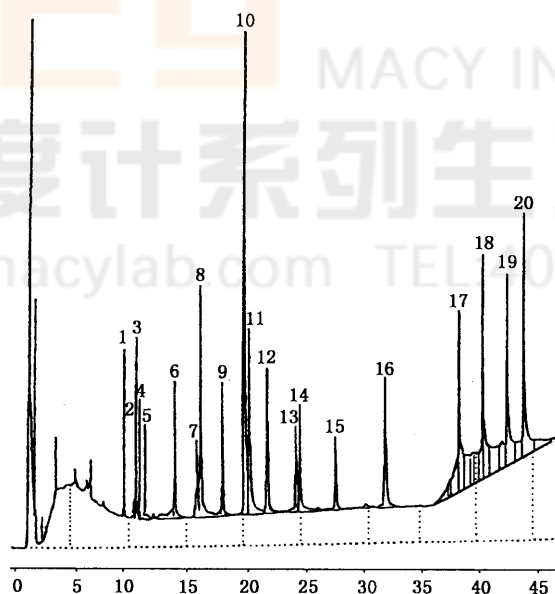
11.4.1.5 载气流速:氮气( $\text{N}_2$ )1 mL/min,尾吹 50 mL/min。

#### 11.4.2 色谱分析

分别量取 1 L 混合标准液及试样净化液注入气相色谱仪中,以保留时间定性,以试样和标准的峰高或峰面积比较定量。

#### 11.4.3 色谱图

见图 1。



1— $\alpha$ -六六六;  
2— $\beta$ -六六六;  
3— $\gamma$ -六六六;  
4—五氯硝基苯;  
5— $\delta$ -六六六;  
6—七氯;  
7—艾氏剂;  
8—除螨酯;  
9—环氧七氯;  
10—杀螨酯磺;

11—狄氏剂;  
12— $p,p'$ -滴滴伊;  
13— $p,p'$ -滴滴涕;  
14— $o,p'$ -滴滴涕;  
15— $p,p'$ -滴滴涕;  
16—胺菊酯;  
17—氯菊酯;  
18—氯氰菊酯;  
19— $\alpha$ -氰戊菊酯;  
20—溴氰菊酯。

图 1 色谱图

## 12 结果计算

试样中各农药的含量按式(2)进行计算:

$$X = \frac{m_1 \times V_2 \times 1\,000}{m \times V_1 \times 1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$X$ ——样品中各农药的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$m_1$ ——被测样液中各农药的含量,单位为纳克(ng);

$V_2$ ——样液最后定容体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试样质量,单位为克(g);

$V_1$ ——样液进样体积,单位为微升( $\mu$ L)。

计算结果保留两位有效数字。

## 13 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%。



## 附录 A

(资料性附录)

## 第一法(GC-MS)中各目标化合物时间窗口及定量离子

第一法(GC-MS)中各目标化合物时间窗口及定量离子,见表 A.1。

表 A.1 第一法(GC-MS)中各目标化合物时间窗口及定量离子

| 离子通道 | 农药组分                                                            | 时间窗口/min  | 定量离子(m/z)                     |
|------|-----------------------------------------------------------------|-----------|-------------------------------|
| 1    | $\alpha$ -六六六<br>$\beta$ -六六六<br>$\gamma$ -六六六<br>$\delta$ -六六六 | 9.0~12.9  | 181、183                       |
| 2    | 六氯苯                                                             | 9.0~12.9  | 284、282                       |
| 3    | $^{13}\text{C}_6$ -六氯苯                                          | 9.0~12.9  | 290、292                       |
| 4    | 五氯硝基苯                                                           | 9.0~12.9  | 295、293                       |
| 5    | 五氯苯胺                                                            | 9.0~12.9  | 265、267                       |
| 6    | 七氯<br>五氯苯基硫醚<br>艾氏剂                                             | 12.9~14.5 | 272、274<br>296、298<br>263、265 |
| 7    | 除螨酯                                                             | 14.5~15.0 | 77、141                        |
| 8    | 氧氯丹<br>环氧七氯                                                     | 15.0~15.7 | 185、187<br>353、351            |
| 9    | 丙烯菊酯                                                            | 15.0~15.7 | 136、123                       |
| 10   | 反式氯丹<br>顺式氯丹                                                    | 15.7~17.1 | 373、375                       |
| 11   | $\alpha$ -硫丹                                                    | 15.7~17.1 | 195、197                       |
| 12   | 杀螨蟥                                                             | 15.7~17.1 | 141、77                        |
| 13   | 杀螨酯<br>$p,p'$ -DDE                                              | 15.7~17.1 | 175、111<br>316、318            |
| 14   | 狄氏剂                                                             | 15.7~17.1 | 263、265                       |
| 15   | 异狄氏剂<br>$\beta$ -硫丹<br>异狄氏剂醛                                    | 17.1~19.0 | 317、315<br>195、193<br>345、347 |
| 16   | $p,p'$ -DDD<br>$o,p'$ -DDT<br>$p,p'$ -DDT                       | 17.1~19.0 | 235、237                       |
| 17   | 硫丹硫酸酯                                                           | 17.1~19.0 | 272、274                       |
| 18   | 异狄氏剂酮                                                           | 19.0~20.1 | 317、319                       |

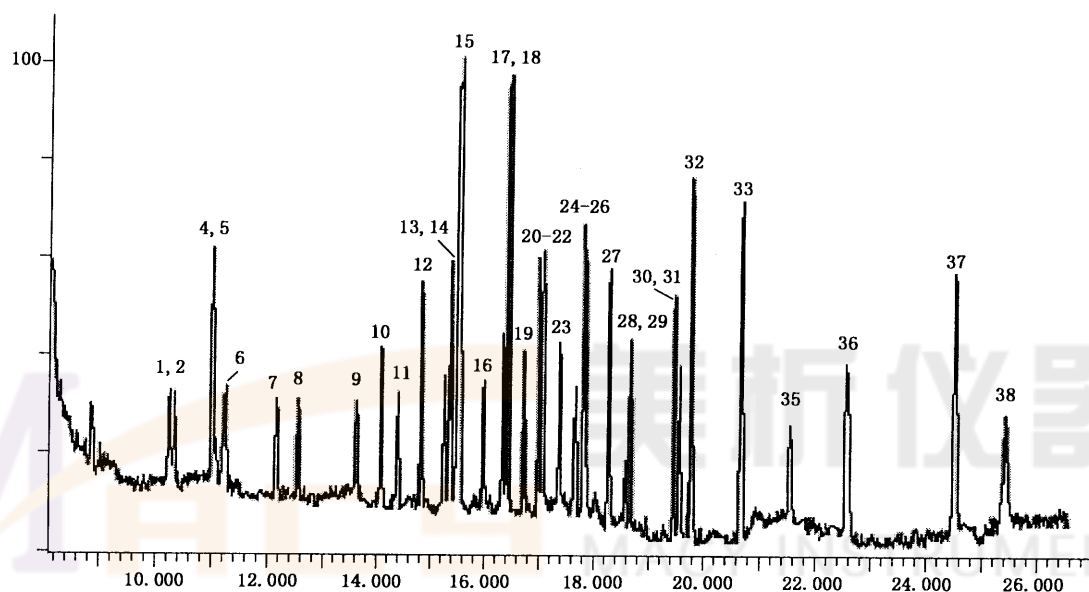
表 A.1 (续)

| 离子通道 | 农药组分                               | 时间窗口/min  | 定量离子(m/z) |
|------|------------------------------------|-----------|-----------|
| 19   | 胺菊酯                                | 19.0~20.1 | 164,123   |
| 20   | 甲氰菊酯                               | 19.0~20.1 | 181,97    |
| 21   | 灭蚊灵                                | 20.1~21.1 | 272,274   |
| 22   | <sup>13</sup> C <sub>10</sub> -灭蚊灵 | 20.1~21.1 | 277,279   |
| 23   | 氯菊酯                                | 21.1~22.1 | 183,163   |
| 24   | 氯氰菊酯                               | 22.1~23.1 | 181,163   |
| 25   | 氰戊菊酯                               | 23.1~24.8 | 167,125   |
| 26   | 溴氰菊酯                               | 24.8~26.5 | 181,253   |


**美析仪器**  
 MACY INSTRUMENT  
 专业光度计系列生产厂家  
 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

附 录 B  
(资料性附录)  
色 谱 图

第一法(GC-MS)测定的混合标准溶液全扫描总离子流图及选择离子扫描的质量色谱图,见图 B.1和图 B.2。



出峰顺序:  $\alpha$ -六六六、六氯苯、 $^{13}\text{C}_6$ -六氯苯、 $\beta$ -六六六、五氯硝基苯、 $\gamma$ -六六六、 $\delta$ -六六六、五氯苯胺、七氯、五氯苯基硫醚、艾氏剂、除虫酯、氧氯丹、环氧七氯、丙烯菊酯、反式氯丹、顺式氯丹、 $\alpha$ -硫丹、杀螨蟥、杀螨酯、 $p, p'$ -DDE、狄氏剂、异氏试剂、 $\beta$ -硫丹、 $p, p'$ -DDD、 $o, p'$ -DDT、异狄氏剂醛、硫丹硫酸酯、 $p, p'$ -DDT、异狄氏剂酮、胺菊酯、甲氧菊酯、灭蚊灵、 $^{13}\text{C}_{10}$ -灭蚊灵、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯。

图 B.1 第一法(GC-MS)测定的混合标准溶液全扫描总离子流图

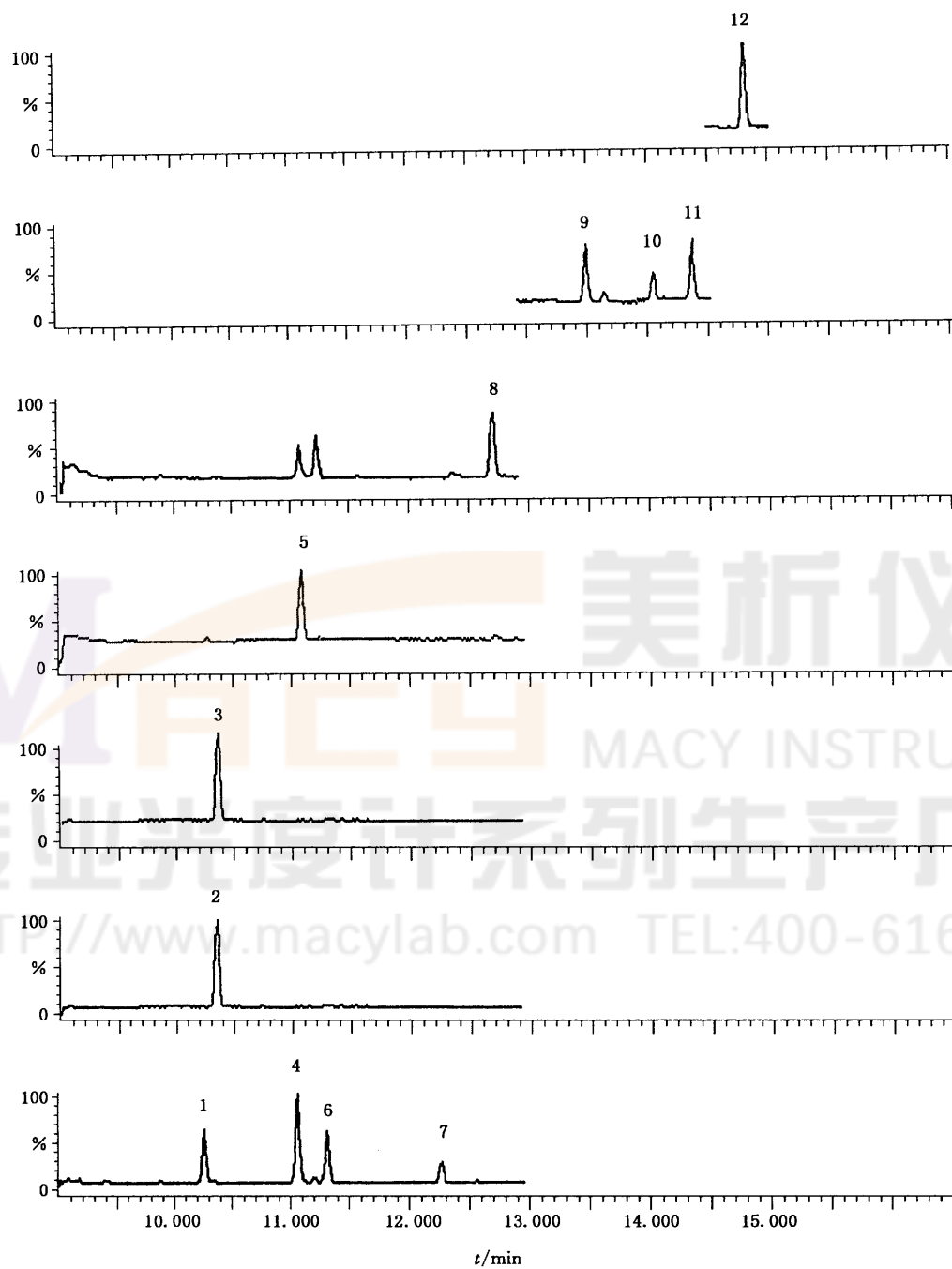


图 B.2 混合标准溶液的 SIM 扫描的质量色谱图

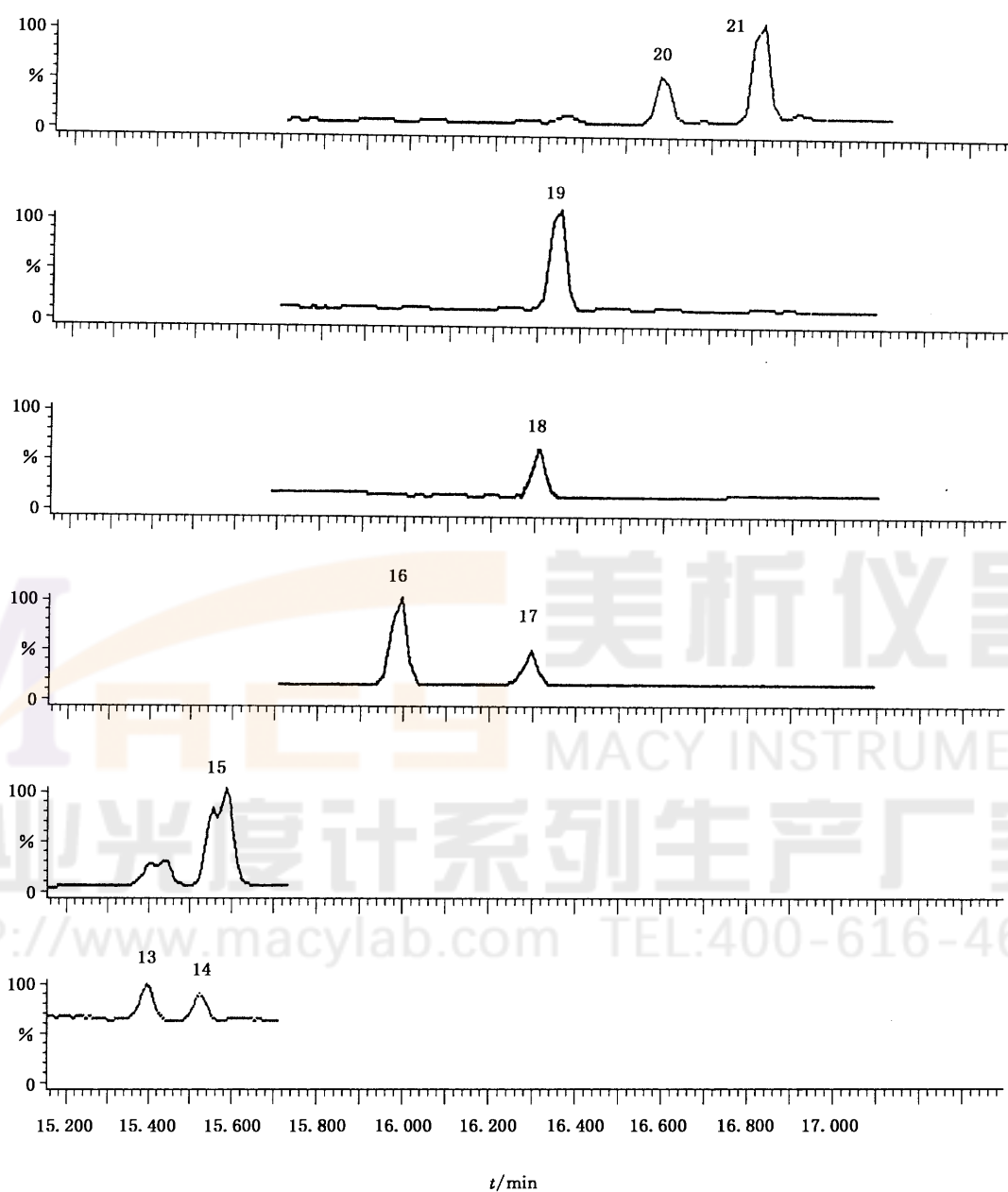


图 B.2 (续)

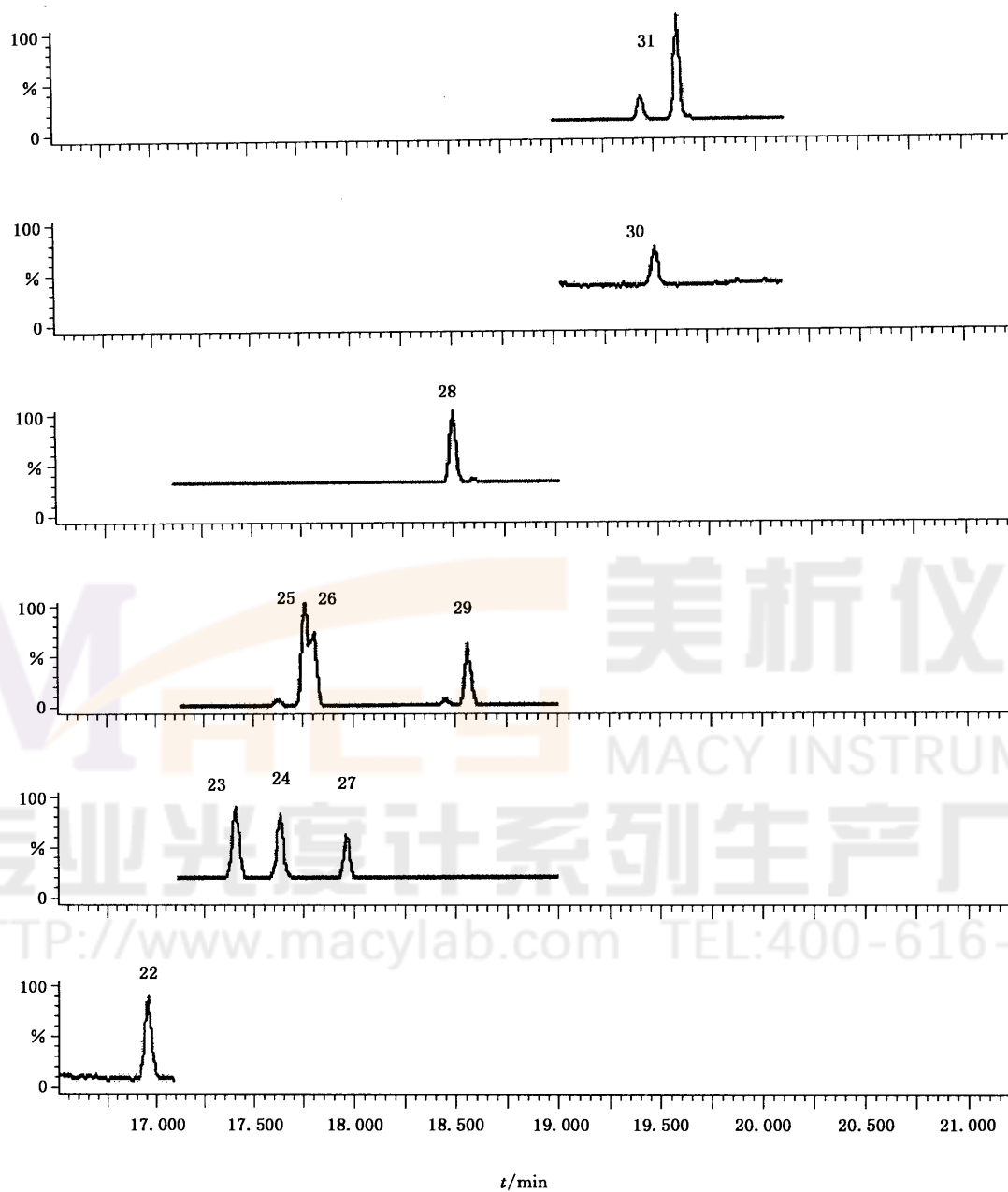
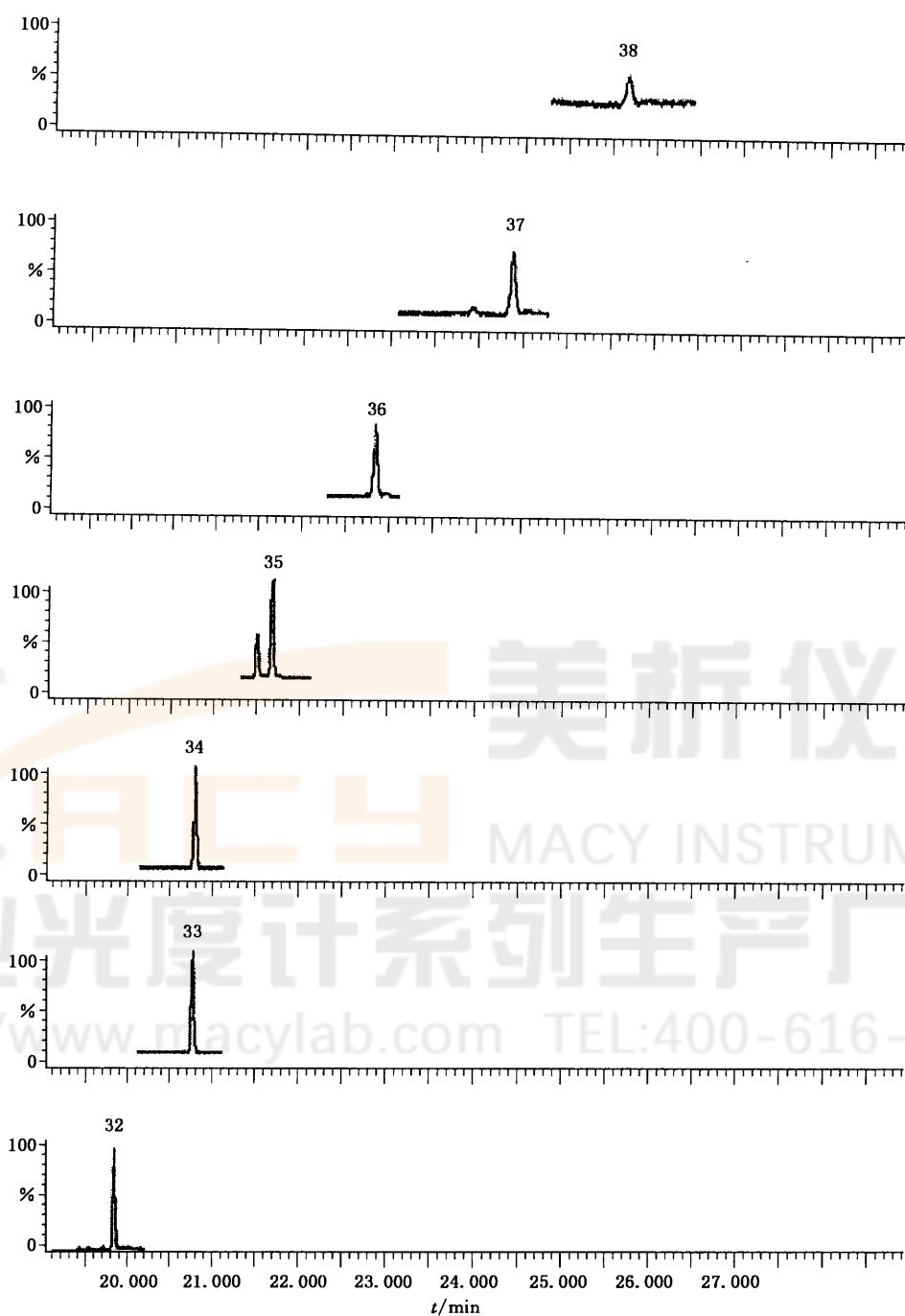


图 B.2 (续)



- |                            |                   |                   |                               |
|----------------------------|-------------------|-------------------|-------------------------------|
| 1— $\alpha$ -六六六;          | 11—艾氏剂;           | 21— $p, p'$ -DDE; | 30—异狄氏剂酮;                     |
| 2—六氯苯;                     | 12—除螨酯;           | 22—狄氏剂;           | 31—胺菊酯;                       |
| 3— $^{13}\text{C}_6$ -六氯苯; | 13—氧氯丹;           | 23—异氏试剂;          | 32—甲氰菊酯;                      |
| 4— $\beta$ -六六六;           | 14—环氧七氯;          | 24— $\beta$ -硫丹;  | 33—灭蚊灵;                       |
| 5—五氯硝基苯;                   | 15—丙烯菊酯;          | 25— $p, p'$ -DDD; | 34— $^{13}\text{C}_{10}$ 灭蚊灵; |
| 6— $\gamma$ -六六六;          | 16—反式氯丹;          | 26— $o, p'$ -DDT; | 35—氯菊酯;                       |
| 7— $\delta$ -六六六;          | 17—顺式氯丹;          | 27—异狄氏剂醛;         | 36—氯氰菊酯;                      |
| 8—五氯苯胺;                    | 18— $\alpha$ -硫丹; | 28—硫丹硫酸酯;         | 37—氰戊菊酯;                      |
| 9—七氯;                      | 19—杀螨蟥;           | 29— $p, p'$ -DDT; | 38—溴氰菊酯。                      |
| 10—五氯苯基硫醚;                 | 20—杀螨酯;           |                   |                               |

图 B.2 (续)

附 录 C  
(资料性附录)  
方法的不确定度

以六氯苯和灭蚁灵为目标化合物,采用本标准第一法测定的不确定度结果见表 C.1。

表 C.1 第一法的不确定度结果

| 农药组分 | 量值/( $\mu\text{g/L}$ ) | 相对标准不确定度 | 扩展不确定度  |
|------|------------------------|----------|---------|
| 六氯苯  | 3.33                   | 0.028 2  | 0.056 4 |
| 灭蚁灵  | 3.20                   | 0.032 2  | 0.064 4 |

 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯  
农药多组分残留量的测定

GB/T 5009.162—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

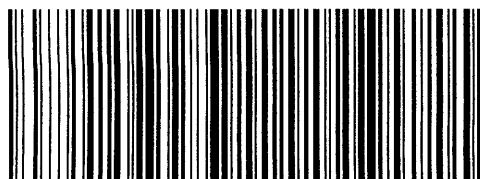
开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 34 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号:155066·1-36153 定价 20.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.162—2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.207—2008

## 糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定

Determination of 50 organophosphorus pesticides residues in unpolished rice

MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-11-21 发布

2009-03-01 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

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：沈崇钰、储晓刚、徐锦忠、沈伟健、吴斌、赵增运、陈惠兰、蒋原。



## 糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定

### 1 范围

本标准规定了糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定方法。

本标准适用于糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定。

50 种有机磷农药在糙米中除氧化乐果、甲基乙拌磷、砒吸磷、溴硫磷、甲基吡啶磷的检出限为 0.01 mg/kg 外,其余有机磷农药的检出限均为 0.005 mg/kg。回收率参见附录 A。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

### 3 原理

样品经乙酸乙酯提取,凝胶渗透色谱净化后,用气相色谱-氮磷检测器检测。

### 4 试剂和材料

除非另有规定,本标准中所用试剂均为分析纯。实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

- 4.1 正己烷( $C_6H_{14}$ ):色谱纯。
- 4.2 乙酸乙酯( $C_4H_8O_2$ ):重蒸馏。
- 4.3 二氯甲烷( $CH_2Cl_2$ ):重蒸馏。
- 4.4 环己烷( $C_6H_{12}$ ):重蒸馏。
- 4.5 无水硫酸钠( $Na_2SO_4$ ):650℃灼烧 4 h,冷却后储于密封容器中备用。
- 4.6 标准品:敌敌畏、速灭磷、氧乐果、甲基内吸磷、灭线磷、二溴磷、久效磷、甲拌磷、甲基乙拌磷、乐果、特丁硫磷、乙拌磷、乙嘧硫磷、除线磷、甲基对硫磷、皮蝇磷、砒吸磷、杀螟硫磷、甲基嘧啶磷、马拉硫磷、毒死蜱、水胺硫磷、毒壤磷、溴硫磷、嘧啶磷、硫环磷、地安磷、毒虫畏、灭蚜磷、杀扑磷、乙基溴硫磷、完灭硫磷、杀虫畏、灭菌磷、碘硫磷、丙环磷、丙溴磷、乙硫磷、硫丙磷、甲基吡啶磷、敌瘟磷、亚胺硫磷、苯硫磷、保棉磷、溴苯磷、吡菌磷、吡啶硫磷、蝇毒磷、敌杀磷、双硫磷。
- 4.6.1 标准储备液 I (500  $\mu\text{g/mL}$ ):准确称取敌敌畏、速灭磷、氧乐果、甲基内吸磷、灭线磷、二溴磷、久效磷、甲拌磷、甲基乙拌磷、乐果、特丁硫磷、乙拌磷、乙嘧硫磷、除线磷、甲基对硫磷、皮蝇磷、砒吸磷、杀螟硫磷、甲基嘧啶磷、马拉硫磷、毒死蜱、水胺硫磷、毒壤磷、溴硫磷、嘧啶磷、硫环磷、地安磷、毒虫畏、灭蚜磷、杀扑磷、乙基溴硫磷、完灭硫磷、杀虫畏、灭菌磷、碘硫磷、丙环磷、丙溴磷、乙硫磷、硫丙磷、甲基吡啶磷、敌瘟磷、亚胺硫磷、苯硫磷、保棉磷、溴苯磷、吡菌磷、吡啶硫磷、蝇毒磷、敌杀磷、双硫磷各 50.0 mg,分别用正己烷溶解并定容至 100 mL。
- 4.6.2 农药混标储备液:取 0.2 mL 储备液 I (4.6.1),用正己烷定容至 100 mL。
- 4.6.3 农药混标工作液 I:取 5.0 mL 农药混标储备液(4.6.2),用正己烷稀释至 10 mL。
- 4.6.4 农药混标工作液 II:取 2.5 mL 农药混标储备液(4.6.2),用正己烷稀释至 10 mL。
- 4.6.5 农药混标工作液 III:取 1.5 mL 农药混标储备液(4.6.2),用正己烷稀释至 10 mL。
- 4.6.6 农药混标工作液 IV:取 1.0 mL 农药混标储备液(4.6.2),用正己烷稀释至 10 mL。

- 4.6.7 农药混标工作液Ⅵ:取 0.75 mL 农药混标储备液(4.6.2),用正己烷稀释至 10 mL。
- 4.6.8 农药混标工作液Ⅶ:取 0.5 mL 农药混标储备液(4.6.2),用正己烷稀释至 10 mL。
- 4.6.9 农药混标工作液Ⅷ:取 0.2 mL 农药混标储备液(4.6.2),用正己烷稀释至 10 mL。
- 4.6.10 农药混标工作液Ⅸ:取 0.1 mL 农药混标储备液(4.6.2),用正己烷稀释至 10 mL。
- 4.6.11 农药混标工作液Ⅹ:取 0.08 mL 农药混标储备液(4.6.2),用正己烷稀释至 10 mL。

## 5 仪器

- 5.1 气相色谱仪:具有氮磷检测器。
- 5.2 凝胶渗透色谱仪:具有紫外检测器。
- 5.3 均质机。
- 5.4 旋转蒸发仪。
- 5.5 植物粉碎机。

## 6 试样的制备

取糙米样品,用植物粉碎机粉碎,全部过 40 目筛。

## 7 测定步骤

### 7.1 提取

7.1.1 称取 10 g(精确至 0.01 g)40 目的糙米样品放入 200 mL 离心管中。加入 40 mL 乙酸乙酯和 2 g 无水硫酸钠,均质 3 次,每次各 1 min,用 10 mL 乙酸乙酯冲洗均质头。在 4 °C 下离心(2 500 r/min),取上清液于梨形瓶中。残渣再加入 40 mL 乙酸乙酯,重复上述均质和离心过程。

7.1.2 将梨形瓶置于 35 °C 水浴中,旋转蒸发至约 0.5 mL,用环己烷-二氯甲烷流动相定容至 6 mL,过 0.45 μm 有机系滤膜。

### 7.2 净化

7.2.1 取 5 mL 提取液过 GPC,收集 12 min~25 min 的馏分 85 mL,在 35 °C 下用旋转蒸发仪浓缩淋洗液至约 0.5 mL。用正己烷定容至 1 mL,制成备用样液,待下一步气相色谱分离检测。

7.2.2 凝胶渗透色谱条件:

- a) 流动相:环己烷-二氯甲烷(50+50);
- b) 流速:5 mL/min;
- c) 紫外检测波长:254 nm;
- d) 凝胶柱填料:Envirogel GPC 凝胶<sup>1)</sup>(50 g),柱子规格:19 mm×300 mm,填料粒径:40 目。

### 7.3 气相色谱条件

7.3.1 HP-5 熔融石英毛细管柱:30 m×0.32 mm 内径,涂层厚度:0.25 μm。

7.3.2 柱温:程序升温:70 °C(保持 2 min)15 °C/min 升至 150 °C,3 °C/min 升至 185 °C,2 °C/min 升至 210 °C,10 °C/min 升至 280 °C(保持 10 min)。

7.3.3 进样口温度:250 °C。

7.3.4 检测器:氮磷检测器(NPD),温度 300 °C。

7.3.5 氢气流速:3.0 mL/min,空气流速:60 mL/min;

载气(≥99.999%)流速:9.0 mL/min。

7.3.6 进样模式:不分流进样。

- 1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

## 7.4 测定

7.4.1 标准曲线的绘制:分别取农药混标工作液 I、II、III、IV、V、VI、VII、VIII、IX、X,得到浓度范围在 0.08 μg/mL~31.6 μg/mL 标准工作系列,分别取 2 μL 标准溶液进 GC-NPD 进行分离测定。每个浓度平行测定 3 次,以色谱峰面积的平均值对浓度作线性回归,得到外标曲线。

7.4.2 样品测定:取 2 μL 样液(7.2.1)进气相色谱分离测定(色谱图参见附录 B),以保留时间定性,标准曲线定量。

## 7.5 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

## 7.6 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

## 8 结果计算

试样中 50 种有机磷农药的含量按式(1)进行计算:

$$X = \frac{6 \times A_i \times c_i \times V}{5 \times A_{si} \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$X$ ——试样中有机磷农药含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A_i$ ——样液中各有机磷农药的峰面积( $i=1$ 号~50号有机磷农药);

$c_i$ ——标准工作溶液中各有机磷农药的浓度,单位为毫克每升(mg/L)( $i=1$ 号~50号有机磷农药);

$V$ ——最终样液的定容体积,单位为毫升(mL);

$A_{si}$ ——标准工作溶液中各有机磷农药峰面积( $i=1$ 号~50号有机磷农药);

$m$ ——样品质量,单位为克(g)。

## 9 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 20%。

附 录 A  
(资料性附录)

糙米中 50 种有机磷添加回收试验数据统计表

糙米中 50 种有机磷添加回收试验数据统计表见表 A.1。

表 A.1 糙米中 50 种有机磷添加回收试验数据统计表

| 农 药                            | 浓度/(mg/kg) | 平均回收率/% | 相对标准偏差 CV/% |
|--------------------------------|------------|---------|-------------|
| 敌敌畏<br>(dichlorvos)            | 0.191 1    | 118.1   | 17.3        |
|                                | 0.065 5    | 117.2   | 11.6        |
|                                | 0.021 8    | 107.2   | 5.2         |
| 速灭磷<br>(meviphos)              | 0.413 0    | 100.0   | 19.0        |
|                                | 0.141 6    | 99.2    | 17.5        |
|                                | 0.047 2    | 90.5    | 8.0         |
| 氧乐果<br>(omethoate)             | 0.478 8    | 83.3    | 19.3        |
|                                | 0.164 2    | 98.5    | 13.1        |
|                                | 0.054 7    | 135.0   | 8.9         |
| 甲基内吸磷<br>(demeton-s-methyl)    | 0.184 8    | 91.3    | 13.5        |
|                                | 0.063 4    | 90.8    | 7.4         |
|                                | 0.021 1    | 90.4    | 3.7         |
| 灭线磷<br>(ethoprophos)           | 0.187 6    | 89.4    | 15.5        |
|                                | 0.064 3    | 89.9    | 8.6         |
|                                | 0.021 4    | 86.2    | 4.5         |
| 二溴磷<br>(bromchlophos or naled) | 0.359 8    | 64.0    | 11.5        |
|                                | 0.123 4    | 55.4    | 5.7         |
|                                | 0.041 1    | 75.3    | 6.2         |
| 久效磷<br>(monocrotophos)         | 0.231 7    | 82.7    | 18.0        |
|                                | 0.079 4    | 92.5    | 11.1        |
|                                | 0.026 5    | 107.3   | 7.6         |
| 甲拌磷<br>(phorate)               | 0.190 4    | 98.3    | 19.2        |
|                                | 0.065 3    | 111.0   | 10.9        |
|                                | 0.021 8    | 122.2   | 5.5         |
| 甲基乙拌磷<br>(thiometon)           | 1.106 0    | 97.6    | 14.4        |
|                                | 0.379 2    | 106.4   | 23.7        |
|                                | 0.126 4    | 89.1    | 13.7        |
| 乐果<br>(dimethoate)             | 0.182 0    | 83.4    | 18.9        |
|                                | 0.062 4    | 95.1    | 13.1        |
|                                | 0.020 8    | 109.5   | 6.3         |

表 A.1 (续)

| 农 药                             | 浓度/(mg/kg) | 平均回收率/% | 相对标准偏差 CV/% |
|---------------------------------|------------|---------|-------------|
| 特丁硫磷<br>(terbufos)              | 0.252 0    | 89.2    | 18.6        |
|                                 | 0.086 4    | 94.3    | 11.8        |
|                                 | 0.028 8    | 96.8    | 4.9         |
| 乙拌磷<br>(disulfoton)             | 0.171 5    | 91.3    | 15.4        |
|                                 | 0.058 8    | 94.5    | 7.9         |
|                                 | 0.019 6    | 92.3    | 3.1         |
| 乙嘧硫磷<br>(etrimfos)              | 0.087 5    | 84.8    | 10.5        |
|                                 | 0.030 0    | 91.1    | 5.4         |
|                                 | 0.010 0    | 111.6   | 2.1         |
| 除线磷<br>(dichlofenthion)         | 0.189 0    | 85.1    | 13.4        |
|                                 | 0.064 8    | 86.2    | 7.5         |
|                                 | 0.021 6    | 88.9    | 2.8         |
| 甲基对硫磷<br>(parathion-methyl)     | 0.191 1    | 88.3    | 18.8        |
|                                 | 0.065 5    | 91.7    | 8.6         |
|                                 | 0.021 8    | 96.5    | 4.8         |
| 皮蝇磷<br>(fenchlorphos)           | 0.217 7    | 93.1    | 14.7        |
|                                 | 0.074 6    | 91.9    | 8.0         |
|                                 | 0.024 9    | 96.3    | 4.5         |
| 砒吸磷<br>(demeto-s-methyl-sulfon) | 0.441 0    | 87.6    | 19.0        |
|                                 | 0.151 2    | 97.5    | 17.7        |
|                                 | 0.050 4    | 116.6   | 10.3        |
| 杀螟硫磷<br>(fenitrothion)          | 0.198 8    | 86.9    | 14.1        |
|                                 | 0.068 2    | 90.8    | 7.7         |
|                                 | 0.022 7    | 98.4    | 4.0         |
| 甲基嘧啶磷<br>(pirimiphos-methyl)    | 0.179 2    | 90.5    | 16.4        |
|                                 | 0.061 4    | 93.9    | 8.9         |
|                                 | 0.020 5    | 96.7    | 4.6         |
| 马拉硫磷<br>(malathion)             | 0.186 2    | 88.5    | 13.4        |
|                                 | 0.063 8    | 91.4    | 6.7         |
|                                 | 0.021 3    | 98.0    | 4.1         |
| 毒死蜱<br>(chlorpyrifos)           | 0.188 3    | 89.2    | 13.9        |
|                                 | 0.064 6    | 89.1    | 6.7         |
|                                 | 0.021 5    | 95.5    | 4.2         |

表 A.1 (续)

| 农 药                        | 浓度/(mg/kg) | 平均回收率/% | 相对标准偏差 CV/% |
|----------------------------|------------|---------|-------------|
| 水胺硫磷<br>(isocarbophos)     | 0.212 1    | 79.3    | 19.3        |
|                            | 0.072 7    | 82.8    | 10.9        |
|                            | 0.024 2    | 94.1    | 6.2         |
| 毒壤磷<br>(trichloronate)     | 0.221 2    | 101.4   | 17.7        |
|                            | 0.075 8    | 106.4   | 15.1        |
|                            | 0.025 3    | 100.2   | 4.8         |
| 溴硫磷<br>(broumaphos)        | 0.386 4    | 91.9    | 18.2        |
|                            | 0.132 5    | 98.4    | 12.8        |
|                            | 0.044 2    | 101.8   | 7.4         |
| 嘧啶磷<br>(pirimiphos-ethyl)  | 0.192 5    | 86.3    | 16.7        |
|                            | 0.066 0    | 91.1    | 10.5        |
|                            | 0.022 0    | 101.6   | 4.9         |
| 硫环磷<br>(phosfolan)         | 0.179 2    | 68.4    | 8.6         |
|                            | 0.061 4    | 78.1    | 5.8         |
|                            | 0.020 5    | 97.6    | 3.4         |
| 地安磷<br>(mephosfolan)       | 0.187 6    | 76.2    | 14.6        |
|                            | 0.064 3    | 85.4    | 7.8         |
|                            | 0.021 4    | 97.5    | 3.4         |
| 毒虫畏<br>(chlorfenvinphos)   | 0.319 2    | 98.1    | 14.7        |
|                            | 0.109 4    | 100.6   | 8.8         |
|                            | 0.036 5    | 100.7   | 4.0         |
| 灭蚜磷<br>(mecarbam)          | 0.157 5    | 91.2    | 15.1        |
|                            | 0.054 0    | 96.9    | 8.6         |
|                            | 0.018 0    | 96.8    | 4.2         |
| 杀扑磷<br>(methidathion)      | 0.190 4    | 78.2    | 16.6        |
|                            | 0.065 3    | 86.2    | 14.9        |
|                            | 0.021 8    | 101.2   | 4.5         |
| 乙基溴硫磷<br>(bromophos-ethyl) | 0.198 8    | 85.6    | 12.2        |
|                            | 0.068 2    | 91.6    | 15.2        |
|                            | 0.022 7    | 105.8   | 3.5         |
| 完灭硫磷<br>(vamidothion)      | 0.365 4    | 70.5    | 19.1        |
|                            | 0.125 3    | 79.3    | 15.4        |
|                            | 0.041 8    | 95.9    | 8.5         |

表 A.1 (续)

| 农 药                        | 浓度/(mg/kg) | 平均回收率/% | 相对标准偏差 CV/% |
|----------------------------|------------|---------|-------------|
| 杀虫畏<br>(tetrachlorvinphos) | 0.194 6    | 95.9    | 20.1        |
|                            | 0.066 7    | 95.2    | 12.3        |
|                            | 0.022 2    | 97.0    | 6.3         |
| 灭菌磷<br>(ditalimfos)        | 0.169 4    | 87.5    | 15.5        |
|                            | 0.058 1    | 92.1    | 8.9         |
|                            | 0.019 4    | 94.1    | 4.7         |
| 碘硫磷<br>(iodofenphos)       | 0.291 2    | 81.3    | 15.2        |
|                            | 0.099 8    | 83.9    | 8.8         |
|                            | 0.033 3    | 94.1    | 4.0         |
| 丙环磷<br>(prothiofos)        | 0.238 7    | 86.4    | 18.5        |
|                            | 0.081 8    | 93.7    | 18.6        |
|                            | 0.027 3    | 92.5    | 4.8         |
| 丙溴磷<br>(profenofos)        | 0.393 4    | 89.6    | 16.9        |
|                            | 0.134 9    | 98.1    | 14.4        |
|                            | 0.045 0    | 82.9    | 7.0         |
| 乙硫磷<br>(ethion)            | 0.187 6    | 89.4    | 19.8        |
|                            | 0.064 3    | 92.0    | 11.0        |
|                            | 0.021 4    | 82.3    | 6.6         |
| 硫丙磷<br>(sulprophos)        | 0.240 8    | 79.6    | 15.0        |
|                            | 0.082 6    | 80.5    | 6.7         |
|                            | 0.027 5    | 82.1    | 4.1         |
| 甲基吡啶磷<br>(azamethiphos)    | 0.373 8    | 68.1    | 18.7        |
|                            | 0.128 2    | 65.3    | 13.7        |
|                            | 0.042 7    | 64.9    | 5.7         |
| 敌瘟磷<br>(edifenphos)        | 0.193 9    | 85.2    | 16.7        |
|                            | 0.066 5    | 87.8    | 11.3        |
|                            | 0.022 2    | 71.7    | 4.0         |
| 亚胺硫磷<br>(phosmet)          | 0.190 4    | 66.8    | 6.3         |
|                            | 0.065 3    | 66.7    | 2.7         |
|                            | 0.021 8    | 63.9    | 4.4         |
| 苯硫磷<br>(EPN)               | 0.178 5    | 66.9    | 12.8        |
|                            | 0.061 2    | 66.4    | 4.5         |
|                            | 0.020 4    | 58.7    | 4.0         |

表 A.1 (续)

| 农 药                      | 浓度/(mg/kg) | 平均回收率/% | 相对标准偏差 CV/% |
|--------------------------|------------|---------|-------------|
| 保棉磷<br>(azinphos-methyl) | 0.182 0    | 55.9    | 5.9         |
|                          | 0.062 4    | 56.7    | 2.4         |
|                          | 0.020 8    | 62.8    | 1.7         |
| 溴苯磷<br>(leptophos)       | 0.173 6    | 73.6    | 10.4        |
|                          | 0.059 5    | 72.9    | 3.8         |
|                          | 0.019 8    | 61.8    | 3.0         |
| 吡菌磷<br>(pyrazophos)      | 0.221 2    | 62.4    | 13.3        |
|                          | 0.075 8    | 60.8    | 5.1         |
|                          | 0.025 3    | 52.2    | 4.3         |
| 吡唑硫磷<br>(pyradofos)      | 0.178 2    | 61      | 9.8         |
|                          | 0.061 1    | 61.7    | 4.2         |
|                          | 0.020 4    | 53.3    | 2.9         |
| 蝇毒磷<br>(coumaphos)       | 0.189 7    | 55.2    | 8.0         |
|                          | 0.065 0    | 54.3    | 6.4         |
|                          | 0.021 7    | 53.3    | 3.2         |
| 敌杀磷<br>(dioxanthion)     | 0.288 4    | 62.1    | 11.2        |
|                          | 0.098 8    | 60.2    | 6.1         |
|                          | 0.033 0    | 44.2    | 3.9         |
| 双硫磷<br>(temephos)        | 0.280 7    | 55.3    | 16.4        |
|                          | 0.096 2    | 54.0    | 6.2         |
|                          | 0.032 1    | 47.1    | 4.9         |

附录 B  
(资料性附录)  
标准溶液、添加回收色谱图

标准溶液、添加回收气相色谱图见图 B.1~图 B.8。

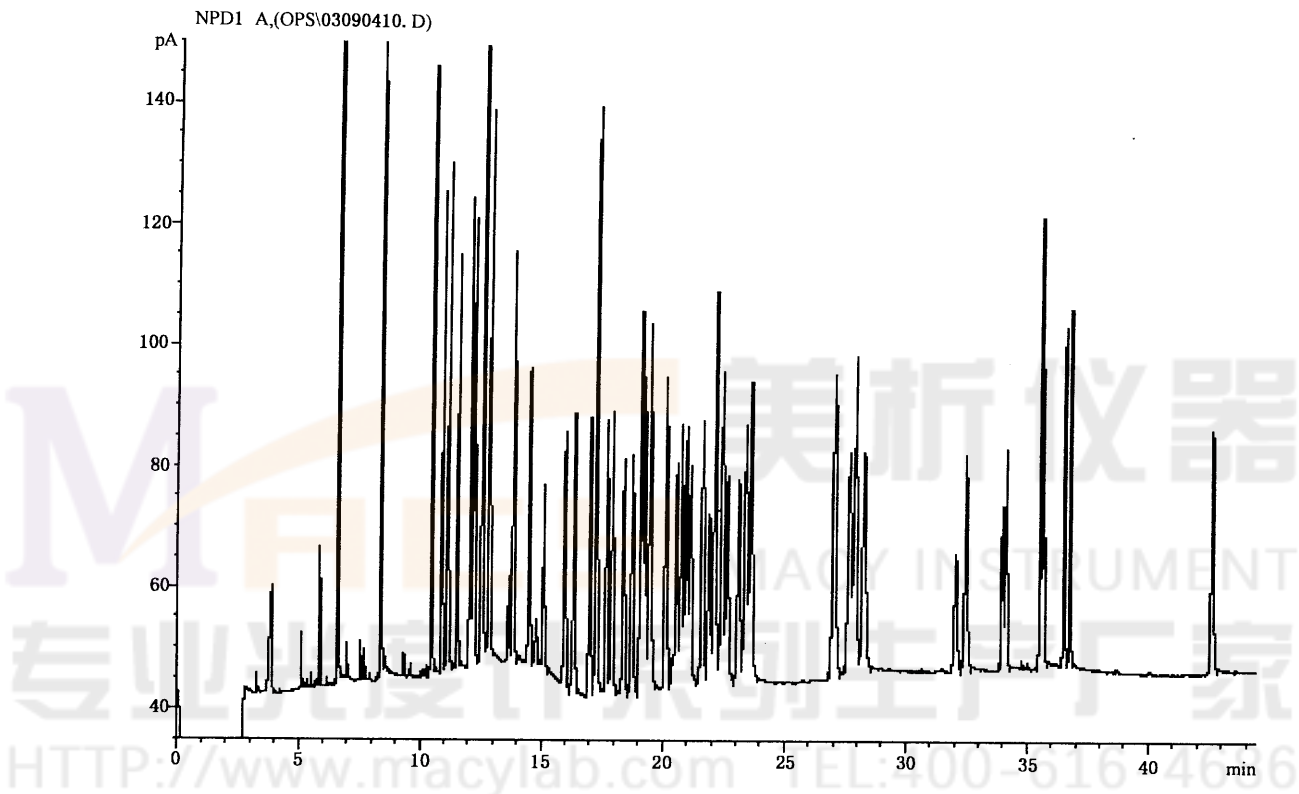


图 B.1 50 种有机磷农药标准色谱图(全图)

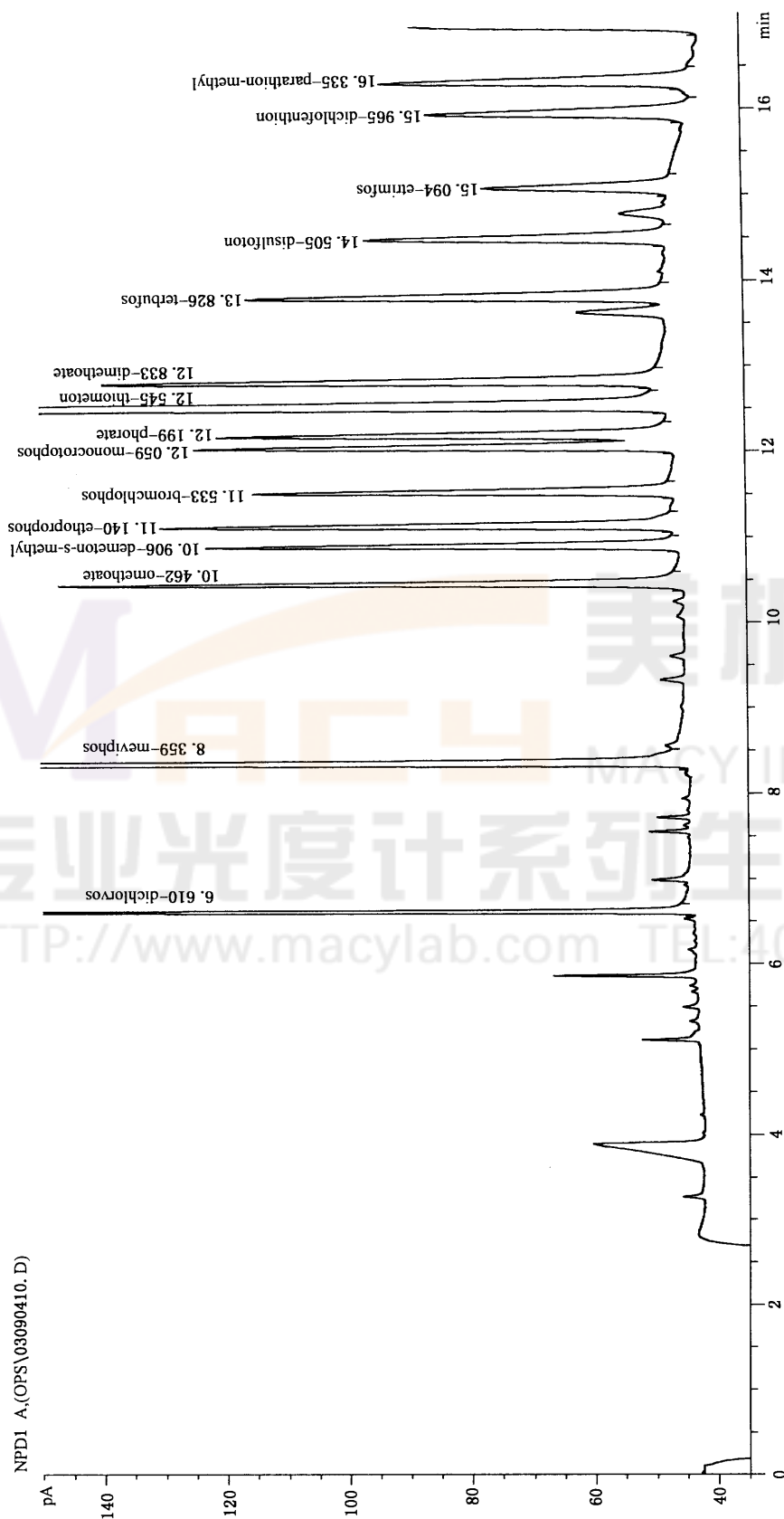


图 B.2 50 种有机磷农药标准色谱图(局部图 1)

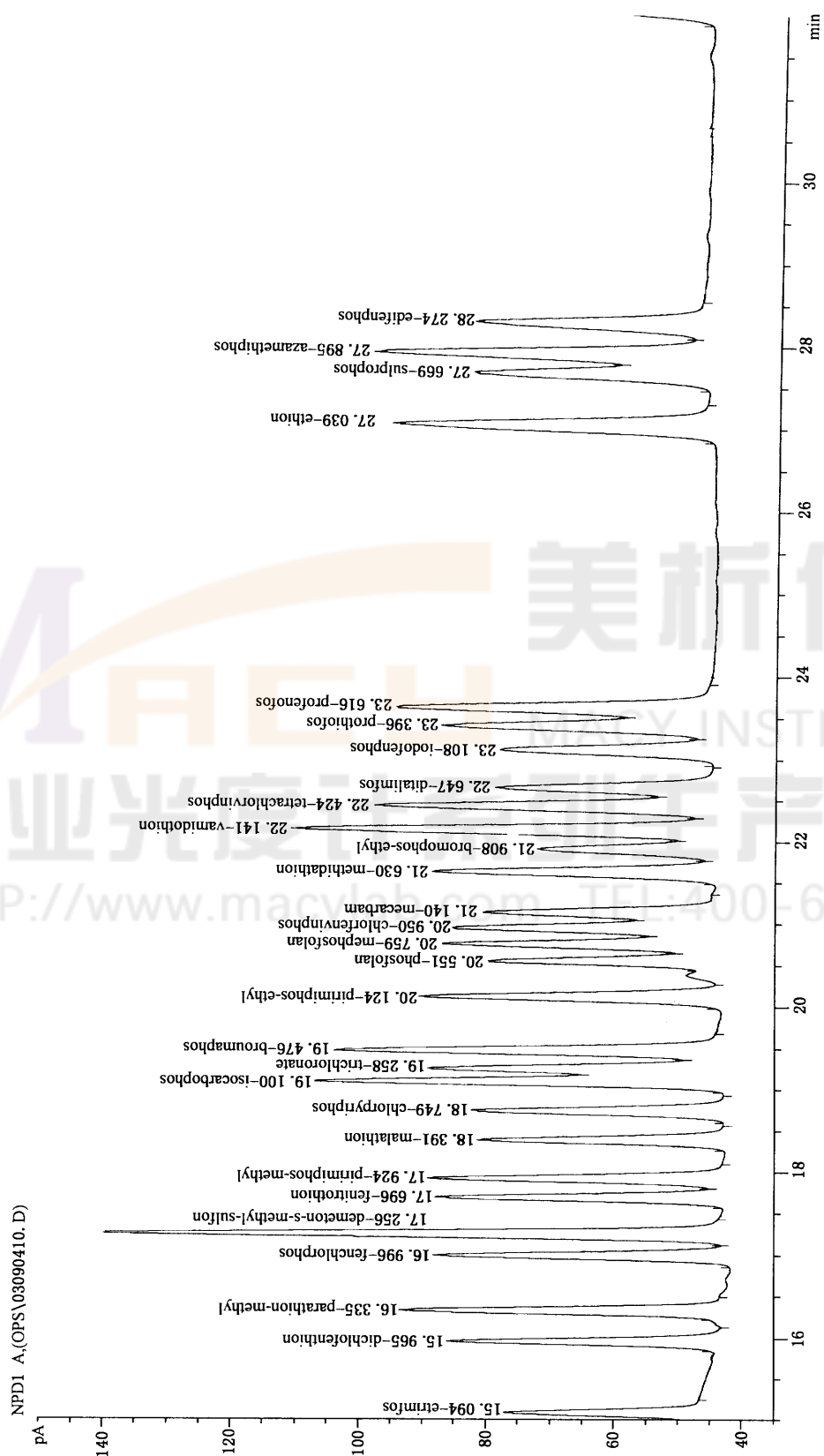


图 B.3 50 种有机磷农药标准色谱图(局部图 2)

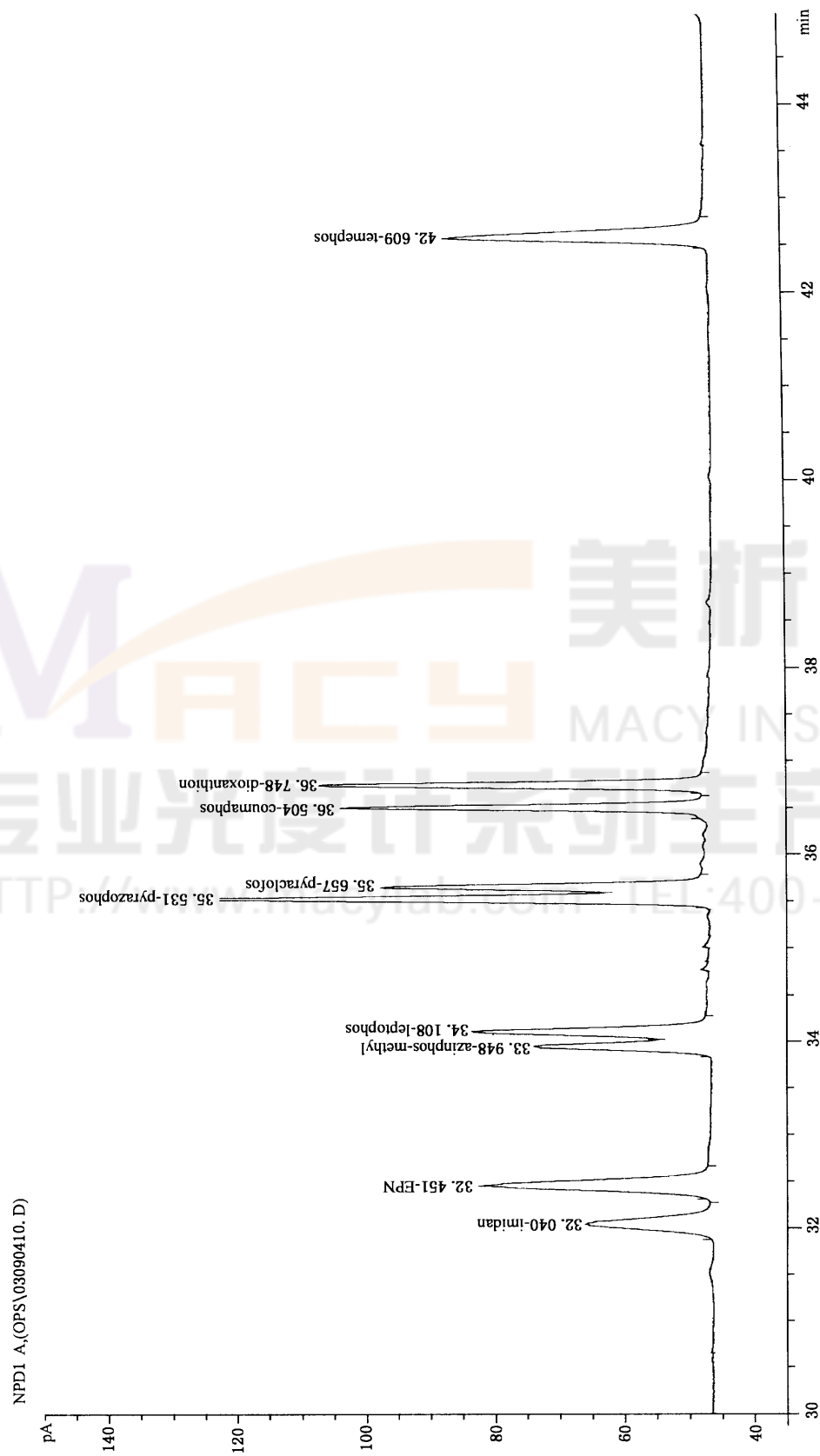


图 B.4 50 种有机磷农药标准色谱图(局部图 3)

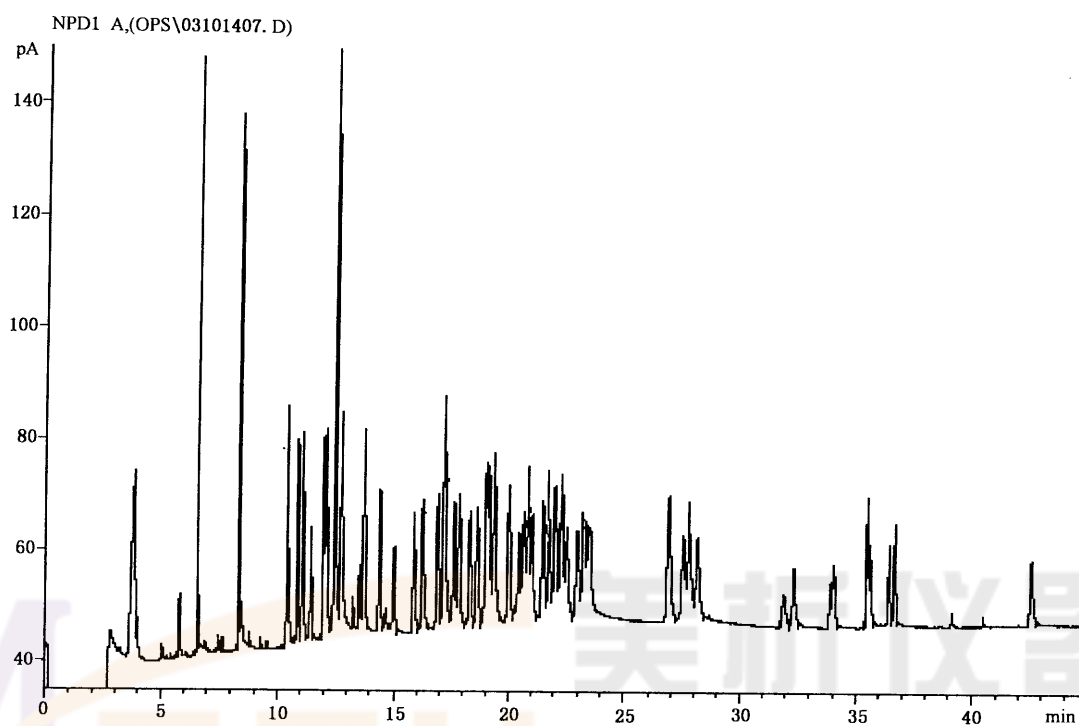


图 B.5 50 种有机磷农药添加色谱图

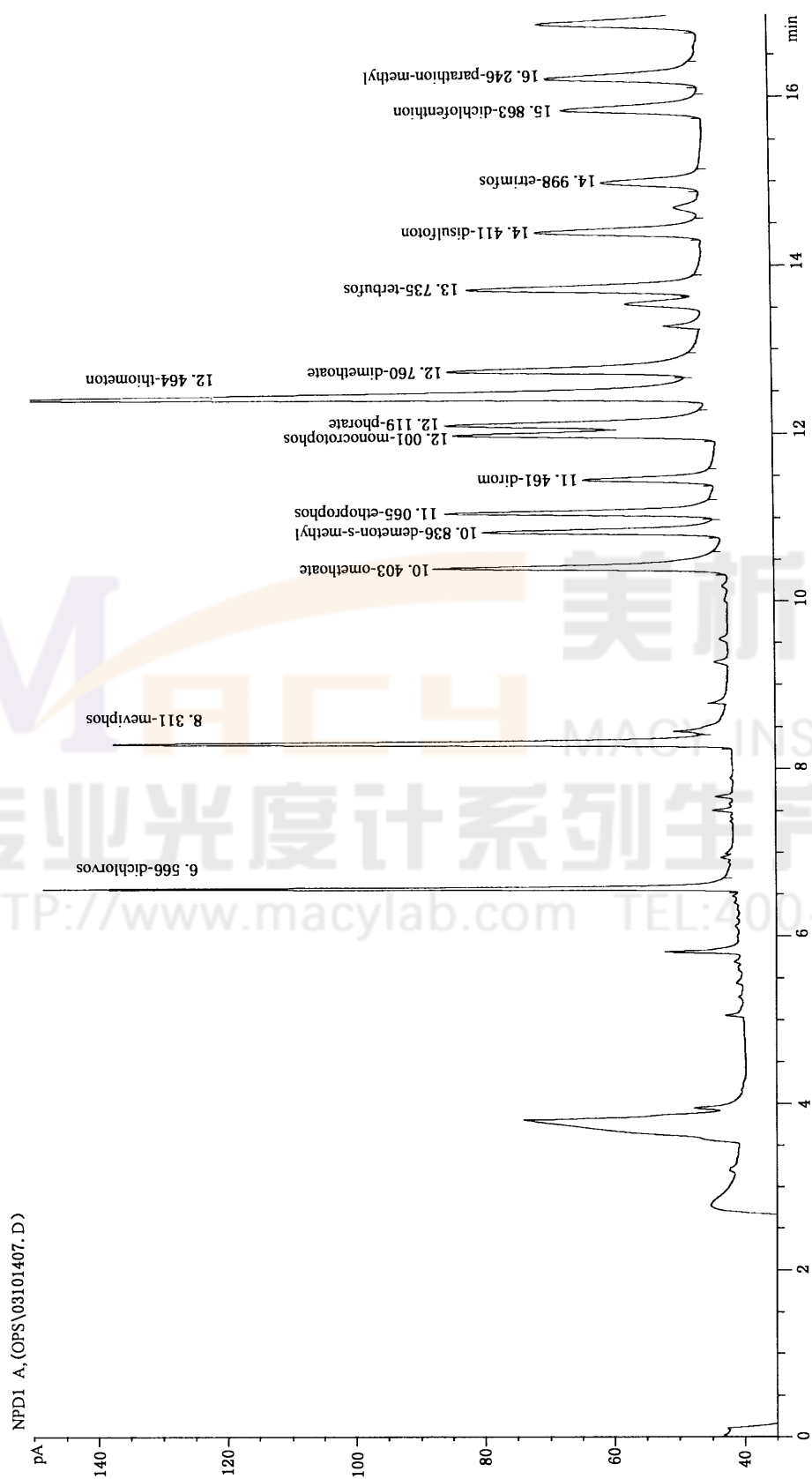


图 B.6 糙米中 50 种有机磷农药添加色谱图(局部图 1)

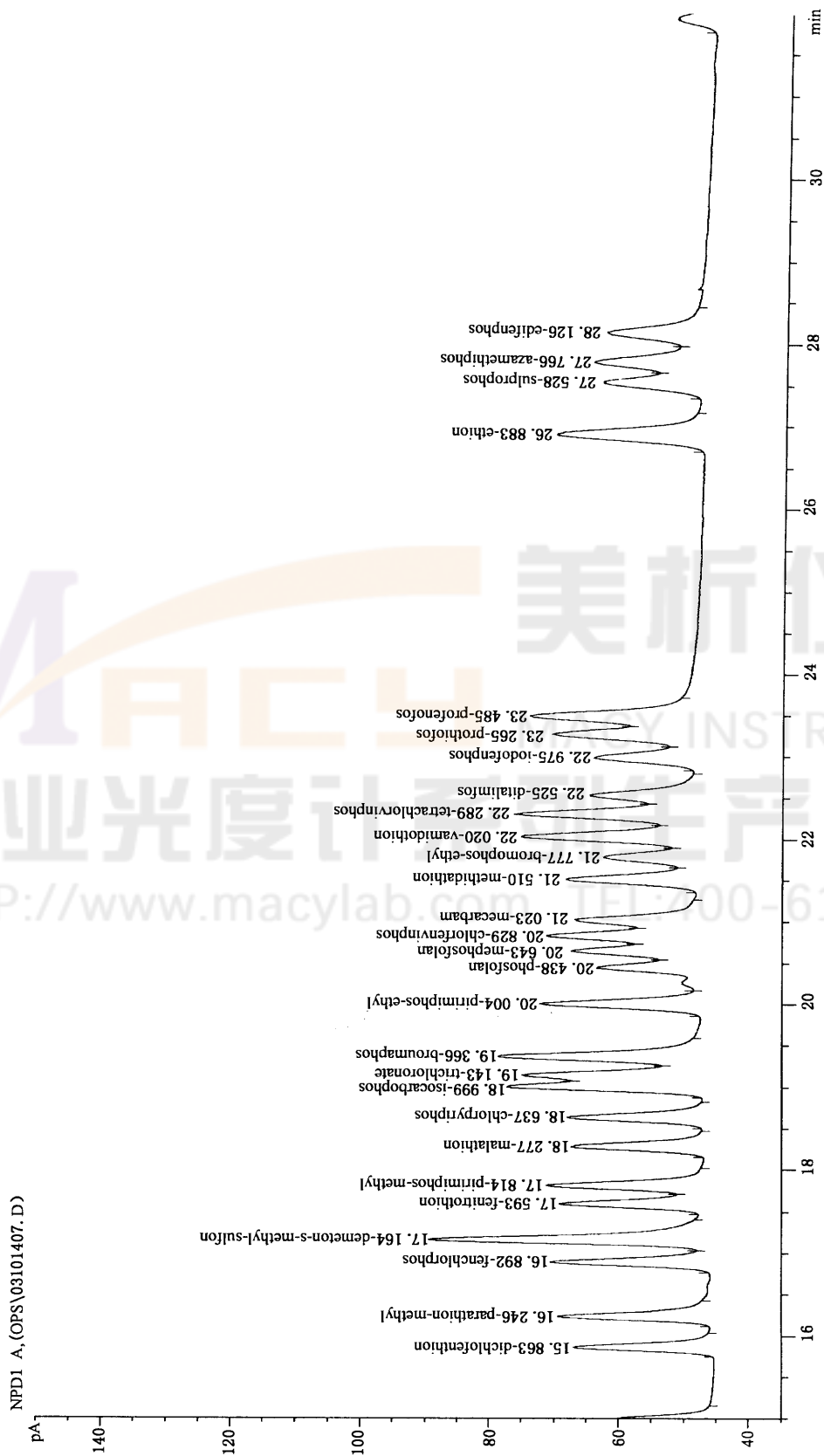


图 B.7 糙米中 50 种有机磷农药添加色谱图(局部图 2)

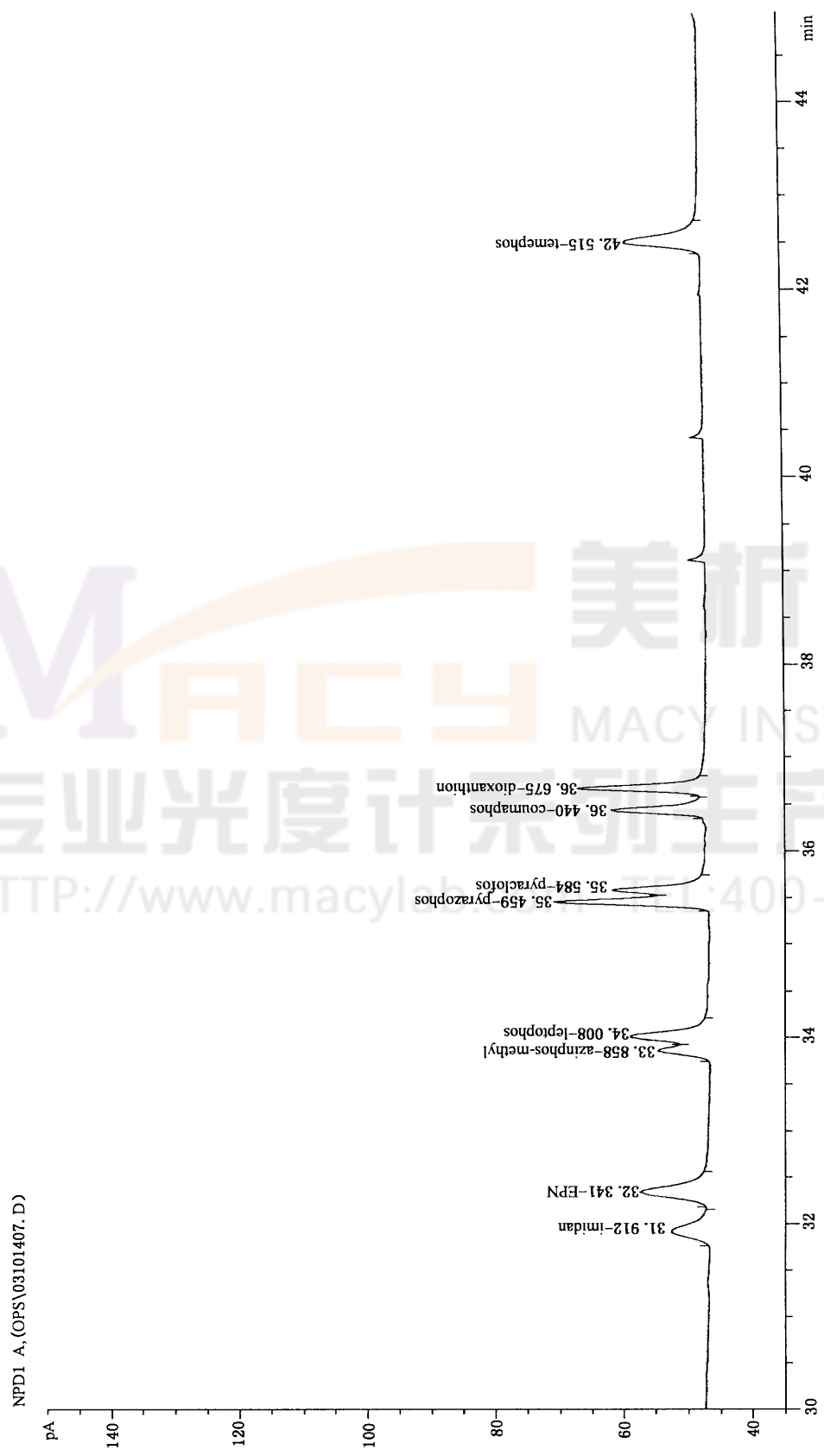


图 B.8 糙米中 50 种有机磷农药添加色谱图(局部图 3)



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定

GB/T 5009.207—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 33 千字  
2009 年 3 月第一版 2009 年 3 月第一次印刷

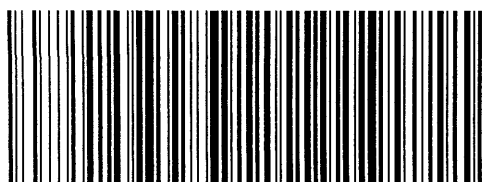
\*

书号: 155066 · 1-36201 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.207-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.208—2008

## 食品中生物胺含量的测定

Determination of biogenic amine in foods

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-11-21 发布

2009-03-01 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



中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

食品中生物胺含量的测定

GB/T 5009.208—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36037 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准参加起草单位：北京市疾病预防控制中心、烟台大学、河南省药品检验所。

本标准主要起草人：吴永宁、赵云峰、李志军、吕斌、李敬光、张磊、邵兵、苗虹。



## 食品中生物胺含量的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中色胺、 $\beta$ -苯乙胺、腐胺、尸胺、组胺、酪胺、亚精胺和精胺含量的测定方法。

本标准适用于酒类(葡萄酒、啤酒、黄酒等)、调味品(醋、酱油等)、水产品(鱼类及其制品、虾类及其制品)、肉类及乳制品中生物胺的测定。

本标准定量限:

- a) 酒类、醋等调味品:色胺 3  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、 $\beta$ -苯乙胺 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、腐胺 3  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、尸胺 7  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、组胺 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、酪胺 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、亚精胺 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、精胺 7  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。
- b) 水产品、肉类、乳制品及以豆类为原料的调味品:色胺 15  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、 $\beta$ -苯乙胺 40  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、腐胺 15  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、尸胺 35  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、组胺 50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、酪胺 25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、亚精胺 25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、精胺 35  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 2 原理

以 1,7-二氨基庚烷为内标,以 5%三氯乙酸为提取溶液,振摇提取,以正己烷去除脂肪,经过三氯甲烷-正丁醇(1+1)液液萃取净化后,以丹磺酰氯为衍生剂,60℃衍生 30 min,采用高效液相色谱的  $\text{C}_{18}$  柱分离,紫外检测器检测,内标法定量。

### 3 试剂和材料

除非另有规定,本标准中所用试剂均为分析纯。

- 3.1 甲醇( $\text{CH}_3\text{O}$ ):色谱纯。
- 3.2 丙酮( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ):色谱纯。
- 3.3 乙醚( $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$ ):重蒸。
- 3.4 正丁醇( $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$ )。
- 3.5 三氯甲烷( $\text{CHCl}_3$ )。
- 3.6 正己烷( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ ):色谱纯。
- 3.7 谷氨酸钠( $\text{C}_5\text{H}_9\text{NNaO}_4$ )。
- 3.8 碳酸氢钠( $\text{NaHCO}_3$ )。
- 3.9 氯化钠( $\text{NaCl}$ )。
- 3.10 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )。
- 3.11 盐酸( $\text{HCl}$ )。
- 3.12 三氯乙酸( $\text{C}_2\text{HCl}_3\text{O}_2$ )。
- 3.13 组胺盐酸盐(histamine dihydrochloride,  $\text{C}_5\text{H}_9\text{N}_3 \cdot 2\text{HCl}$ )标准品(纯度>99%,计算时应折算掉盐酸盐,  $\text{C}_5\text{H}_9\text{N}_3 / \text{C}_5\text{H}_9\text{N}_3 \cdot 2\text{HCl} = 155/184$ )。
- 3.14  $\beta$ -苯乙胺( $\beta$ -phenylethylamine,  $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{N}$ )标准品(纯度>98%)。
- 3.15 酪胺盐酸盐(tyramine hydrochloride,  $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{ClNO}$ )标准品(纯度>99%,计算时应折算掉盐酸盐,  $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO} / \text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO} \cdot \text{HCl} = 137/174$ )。
- 3.16 腐胺(putrescine,  $\text{C}_4\text{H}_{12}\text{N}_2$ )标准品(纯度>98%)。
- 3.17 尸胺(cadaverine,  $\text{C}_5\text{H}_{14}\text{N}_2$ )标准品(纯度>98%)。
- 3.18 色胺(tryptamine hydrochloride,  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2$ )标准品(纯度>99%)。
- 3.19 亚精胺(spermidine,  $\text{C}_7\text{H}_{19}\text{N}_3$ )标准品(纯度>97%)。

- 3.20 精胺(spermine,  $C_{10}H_{26}N_4$ )标准品(纯度 $>97\%$ )。
- 3.21 1,7-二氨基庚烷(1,7-diaminoheptane,  $C_7H_{18}N_2$ )内标标准品(纯度 $>98\%$ )。
- 3.22 丹磺酰氯(dansyl chloride,  $C_{12}H_{12}ClNO_2S$ )标准品(纯度 $>95\%$ )。
- 3.23 生物胺标准储备溶液的配制:准确称取各种生物胺标准品适量,分别置于 10 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,混匀,配制成浓度为 1 000 mg/L(以各种生物胺单体计)的标准储备溶液,置 4 °C 冰箱储存。
- 3.24 生物胺标准混合使用液的配制:分别吸取 1.00 mL 各生物胺单组分标准储备溶液,置于同一个 10 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L 盐酸稀释至刻度,混匀,配制成生物胺标准混合使用液(100 mg/L)。
- 3.25 生物胺标准系列溶液配制:吸取 0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.50 mL、5.00 mL 生物胺标准混合使用液(100 mg/L),分别置于 10 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,混匀,使浓度分别为 1.00 mg/L、2.50 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、15.0 mg/L、25.0 mg/L、50.0 mg/L。
- 3.26 内标标准储备溶液的配制:准确称取内标物质适量,置于 10 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,混匀,配制成浓度为 1 000 mg/L 的内标标准储备溶液,置 4 °C 冰箱储存。
- 3.27 内标标准使用液的配制:吸取 1.00 mL 内标标准储备溶液,置 10 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L 盐酸稀释至刻度,混匀,作为内标使用液(100 mg/L),置 4 °C 冰箱储存。
- 3.28 丹磺酰氯衍生剂溶液的配制:准确称取丹磺酰氯适量,以丙酮为溶剂配制成浓度为 0.01 mg/L 的衍生剂标准使用液(10 mg/mL 丙酮溶液),置 4 °C 冰箱储存。

#### 4 仪器

- 4.1 高效液相色谱仪(HPLC),配紫外检测器。
- 4.2 离心机。
- 4.3 旋涡混合器。
- 4.4 恒温箱。
- 4.5 氮气浓缩器。
- 4.6 电子天平。
- 4.7 酸度计。
- 4.8 超纯水器。
- 4.9 0.22  $\mu$ m 滤膜针头滤器。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试样制备

##### 5.1.1 试样提取

##### 5.1.1.1 水产品、肉类、乳制品及以豆类为原料的调味品

准确称取已经绞碎或匀浆后的水产品、肉类、乳制品或以豆类为原料的调味品 10.00 g,置 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 20 mL 5%三氯乙酸溶液和 2.0 mL(100 mg/L)内标使用液,混匀,振荡提取 60 min,转移至 50 mL 离心管中,3 600 r/min 离心 10 min,取上清液,置 50 mL 容量瓶中,连续提取两次,合并上清液,用 5%三氯乙酸稀释至刻度,滤纸过滤,待净化。

##### 5.1.1.2 酒类、醋及醋饮料

量取含酒类、醋或醋饮料 10.00 mL,加入 0.2 mL(100 mg/L)内标使用液,采用 5.1.2.2 方法直接萃取。

##### 5.1.2 试样净化

##### 5.1.2.1 除脂肪:移取上述试样提取液 10.00 mL,置 25 mL 具塞试管中,加入 10 mL 正己烷,涡旋振

荡 5 min, 弃去上层有机相, 重复进行两次。

5.1.2.2 萃取: 将上述除脂肪后溶液加入适量氯化钠使溶液饱和。准确移取上述饱和后的试样提取液 5.00 mL, 置于 15 mL 离心管中, 用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 12.0。加入 5.0 mL 的正丁醇-三氯甲烷(1+1)混合溶液, 涡旋振荡 5 min, 3 600 r/min 离心 10 min, 吸取上层有机相, 再重复萃取两次, 最后一步萃取用分液漏斗分离, 合并萃取液, 混匀, 取 3.0 mL 萃取液并加入 0.2 mL 1 mol/L 盐酸, 混合后 40 °C 水浴下氮气吹干, 加入 1.0 mL 0.1 mol/L 盐酸使残留物溶解, 待衍生。

## 5.2 生物胺的衍生

取上述待衍生的试样溶液 0.50 mL 置 10 mL 具塞试管中, 加入 1.5 mL 饱和碳酸氢钠溶液、1.0 mL 丹磺酰氯衍生溶液, 振荡使混匀。置 60 °C 培养箱中反应 30 min, 中间振荡两次, 取出, 分别加入 100 μL 谷氨酸钠(50 mg/mL 饱和碳酸氢钠溶液), 振荡混匀, 60 °C 保温 15 min。取出, 每个试管中加入 1 mL 超纯水, 在 40 °C 水浴下用氮气除去丙酮。加入 3 mL 乙醚, 振荡 2 min, 静置分层后, 吸取出上层有机相(乙醚层), 重复萃取两次, 合并乙醚萃取液, 氮气吹干。加入 1.0 mL 甲醇使残留物溶解, 振荡混匀, 0.22 μm 滤膜针头过滤器过滤, 滤液待测。

分别移取 0.50 mL 生物胺标准系列溶液, 分别置 10 mL 具塞试管中, 依次加入 20 μL(100 mg/L) 内标使用液, 加入 1.5 mL 饱和碳酸氢钠溶液、1.0 mL 丹磺酰氯衍生溶液, 振荡使混匀。自“置 60 °C 培养箱中……”, 以下操作同试样的衍生步骤。

## 5.3 液相色谱参考条件

色谱柱为 C<sub>18</sub> 柱(150 mm×4.6 mm 内径, 5 μm), 紫外检测波长 254 nm, 进样量 20 μL, 柱温 30 °C, 流动相 A 为甲醇溶液, B 为超纯水, 流速: 1.5 mL/min。梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序表

| 组成    | 时间/min |    |    |    |    |     |     |    |    |
|-------|--------|----|----|----|----|-----|-----|----|----|
|       | 0      | 7  | 14 | 20 | 27 | 30  | 35  | 36 | 45 |
| 流动相 A | 55     | 65 | 70 | 70 | 90 | 100 | 100 | 55 | 55 |
| 流动相 B | 45     | 35 | 30 | 30 | 10 | 0   | 0   | 45 | 45 |

## 5.4 测定

分别吸取上述标准系列和试样的衍生溶液注入高效液相色谱仪中, 测定, 记录色谱图, 色谱图参见附录 A。

## 6 结果计算

计算各生物胺和内标的峰面积比, 以标准系列溶液的质量(μg)为纵坐标, 以各生物胺和内标的峰面积比为横坐标, 绘制标准曲线, 按式(1)计算试样中生物胺含量。

$$\rho = \frac{m_1 \times f}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho$ ——试样中生物胺的含量, 单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

$m_1$ ——试样中各生物胺色谱峰与内标色谱峰的峰面积比值对应的生物胺质量, 单位为微克(μg);

$f$ ——试样稀释倍数;

$m$ ——取样量, 单位为克或毫升(g 或 mL)。

计算结果保留三位有效数字。

## 7 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 10%。

附录 A  
(资料性附录)

生物胺及内标标准溶液衍生物的 HPLC 色谱图

8 种生物胺及内标标准溶液衍生物的 HPLC 色谱图见图 A.1。

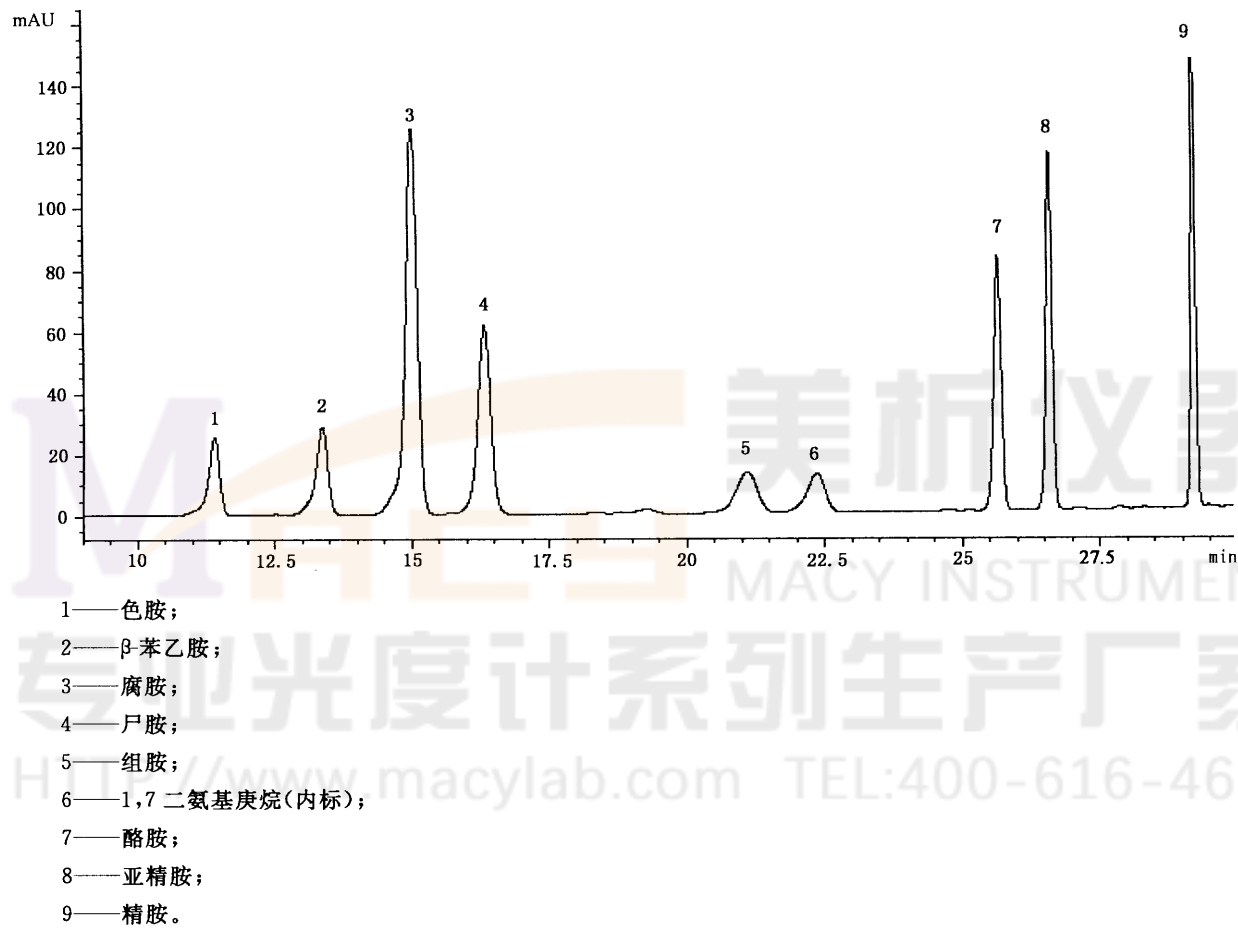
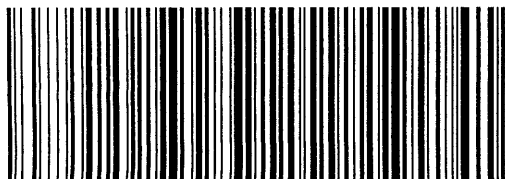


图 A.1 8 种生物胺及内标标准溶液衍生物的色谱图



GB/T 5009.208-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-36037

定价: 10.00 元



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.209—2008

## 谷物中玉米赤霉烯酮的测定

Determination of zearalenone in cereals

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-11-21 发布

2009-03-01 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。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准由中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草,北京中检维康技术有限公司参加起草。

本标准主要起草人:隋凯、李凤琴、李军、罗雪云、李莉、孙兴权。



## 谷物中玉米赤霉烯酮的测定

### 1 范围

本标准规定了谷物中玉米赤霉烯酮的测定方法。

本标准适用于谷物(玉米、小麦等)中玉米赤霉烯酮的测定。

本标准方法检出限为 5  $\mu\text{g/kg}$ 。

### 2 原理

试样中的玉米赤霉烯酮用乙腈-水提取后,提取液经免疫亲和柱净化、浓缩后,用配有荧光检测器的液相色谱仪进行测定,外标法定量。

### 3 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水或相当纯度的去离子水。

3.1 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ):HPLC 级。

3.2 乙腈( $\text{CH}_3\text{CN}$ ):HPLC 级。

3.3 乙腈-水(9+1):取 90 mL 乙腈加 10 mL 水。

3.4 氯化钠( $\text{NaCl}$ )。

3.5 玉米赤霉烯酮免疫亲和柱。

3.6 玻璃纤维滤纸。

3.7 玉米赤霉烯酮(zearalenone)标准品:纯度 $\geq 98\%$ 。

3.8 玉米赤霉烯酮标准溶液:准确称取适量的玉米赤霉烯酮标准品,用乙腈配成浓度为 0.1 mg/mL 的标准储备液, $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中避光保存。使用前用流动相稀释成适当浓度的标准工作液。

### 4 仪器和设备

4.1 液相色谱仪配有荧光检测器。

4.2 粉碎机。

4.3 高速均质器。

4.4 氮吹仪。

4.5 空气压力泵。

4.6 玻璃注射器:20 mL。

4.7 天平:感量 0.000 1 g。

### 5 分析步骤

#### 5.1 提取

称取 40 g 粉碎试样(精确到 0.01 g)置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 4 g 氯化钠和 100 mL 乙腈-水(9+1),以均质器高速搅拌提取 2 min,通过折叠快速定性滤纸过滤,移取 10.0 mL 滤液并加入 40.0 mL 水稀释混匀,经玻璃纤维滤纸过滤 1 次~2 次,至滤液澄清后进行免疫亲和柱净化操作。

## 5.2 净化

将免疫亲和柱连接于 20 mL 玻璃注射器下。准确移取 10.0 mL(相当于 0.8 g 样品<sup>1)</sup>)5.1 的提取滤液,注入玻璃注射器中,将空气压力泵与玻璃注射器连接,调节压力使溶液以 1 滴/s~2 滴/s 的流速缓慢通过免疫亲和柱,直至有部分空气通过柱体。以 5 mL 水淋洗柱子 1 次,弃去全部流出液,并使部分空气通过柱体。准确加入 1.5 mL 甲醇(3.1)洗脱,流速为 1 mL/min,收集洗脱液于玻璃试管中,于 55 ℃ 以下氮气吹干后,用 1.0 mL 流动相[5.3.1 b)]溶解残渣,供液相色谱测定。

## 5.3 测定

## 5.3.1 液相色谱条件

- 色谱柱: C<sub>18</sub> 柱, 150 mm×4.6 mm(内径), 粒度 4 μm, 或相当者;
- 流动相: 乙腈-水-甲醇(46+46+8);
- 流速: 1.0 mL/min;
- 检测波长: 激发波长 274 nm, 发射波长 440 nm;
- 进样量: 100 μL;
- 柱温: 室温。

## 5.3.2 色谱测定

分别取样液和标准溶液各 100 μL 注入高效液相色谱仪进行测定,以保留时间定性,峰面积定量。在上述色谱条件下,玉米赤霉烯酮的保留时间约为 3.4 min。玉米赤霉烯酮标准溶液色谱图见图 1。

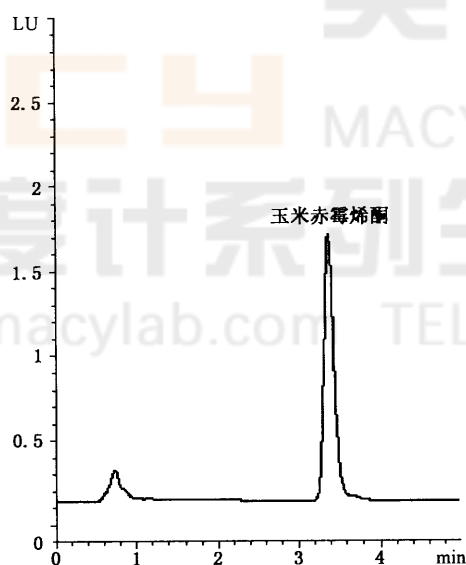


图 1 玉米赤霉烯酮标准品的液相色谱图

## 5.4 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

## 5.5 结果计算

按外标法计算试样中玉米赤霉烯酮的含量,计算结果需将空白值扣除。见式(1):

$$X = \frac{1\,000 \times (A - A_0) \times c \times V}{1\,000 \times A_s \times m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中玉米赤霉烯酮的含量,单位为微克每千克(μg/kg);

- 对于玉米赤霉烯酮含量较高的样品,可将提取滤液进行适当稀释,以保证玉米赤霉烯酮的含量不超过免疫亲和柱的最大毒素负荷量。

- $A$ ——样液中玉米赤霉烯酮的峰面积；  
 $A_0$ ——空白样液中玉米赤霉烯酮的峰面积；  
 $c$ ——标准工作溶液中玉米赤霉烯酮的浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；  
 $V$ ——样液最终定容体积，单位为毫升( $\text{mL}$ )；  
 $m$ ——最终样液所代表的试样量，单位为克( $\text{g}$ )；  
 $A_s$ ——标准工作溶液中玉米赤霉烯酮的峰面积。

## 6 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%。

**M** **MACY** 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL: 010-68533533

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
谷物中玉米赤霉烯酮的测定

GB/T 5009.209—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

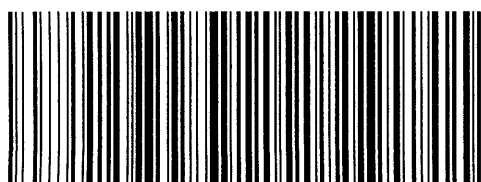
\*

书号: 155066·1-36046 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.209-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.210—2008

## 食品中泛酸的测定

Determination of pantothenic acid in foods

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-11-21 发布

2009-03-01 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



中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

食品中泛酸的测定

GB/T 5009.210—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字

2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066 • 1-36047 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

## 前 言

本标准修改采用国际分析家学会(AOAC INTERNATIONAL)中 AOAC 945.74《维生素预混料中泛酸的测定》(Pantothenic acid in vitamin preparations)。

本标准与 AOAC 945.74 相比主要差异为：

- 修改了试样提取步骤；
- 增加了试样酶解处理；
- 扩大了适用范围。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、辽宁省疾病预防控制中心、浙江省医学科学院、北京市营养源研究所。

本标准主要起草人：王竹、杨晶明、张旭、马景宏、唐靓、唐华澄、王克诚。

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 食品中泛酸的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中泛酸的测定方法。

本标准适用于食品中泛酸的测定。

本标准的检出限:食品,当称样量为 5 g 时,检出限为 250  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ; 营养素补充剂等,当称样量为 1 g 时,检出限为 200  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ 。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

### 3 原理

泛酸是植物乳杆菌 *Lactobacillus plantarum* (ATCC 8014) 生长所必需的营养素,在一定控制条件下,植物乳杆菌的生长响应与培养基中泛酸含量呈线性关系。用比浊法测定试样液中细菌增殖后的混浊度,通过与标准曲线相比较计算出试样中泛酸的含量。

### 4 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水为 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 冰乙酸( $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ )。
- 4.2 三水合乙酸钠( $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.3 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )。
- 4.4 盐酸( $\text{HCl}$ )。
- 4.5 三羟甲基氨基甲烷[Tri (hydroxymethyl) aminomethane,  $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_3$ ]。
- 4.6 碳酸氢钾( $\text{KHCO}_3$ )。
- 4.7 碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )。
- 4.8 磷酸氢二钾( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ )。
- 4.9 磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.10 硫酸镁( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.11 氯化钠( $\text{NaCl}$ )。
- 4.12 硫酸亚铁( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.13 硫酸锰( $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.14 无水乙醇( $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$ )。
- 4.15 Dowex 1X8<sup>1)</sup>, 200 目~400 目。

1) 由 Fluck 公司提供的产品的商品名。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。  
如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

- 4.16 碱性磷酸酶(alkaline phosphatase)<sup>2)</sup>。
- 4.17 鸽子肝脏丙酮提取物(liver acetone powder)<sup>2)</sup>。
- 4.18 D-泛酸钙( $C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$ ):纯度>98%。
- 4.19 葡萄糖( $C_6H_{12}O_6$ )。
- 4.20 蛋白胨(peptone)。
- 4.21 酵母提取物(yeast extract)。
- 4.22 琼脂。
- 4.23 甲苯( $C_7H_8$ )。
- 4.24 溴麝香草酚蓝( $C_{27}H_{28}Br_2O_5S$ ):指示剂。
- 4.25 溴甲酚绿( $C_{21}H_{14}Br_4O_5S$ ):指示剂。
- 4.26 乙酸溶液(0.2 mol/L):吸取 11.8 mL 冰乙酸(4.1),加水稀释至 1 000 mL。
- 4.27 乙酸钠溶液(0.2 mol/L):称取 27.2 g 三水合乙酸钠(4.2),加水溶解并稀释至 1 000 mL。
- 4.28 氢氧化钠溶液(1 mol/L):称取 4.0 g 氢氧化钠(4.3),加水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.29 氢氧化钠溶液(0.1 mol/L):称取 0.4 g 氢氧化钠(4.3),加水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.30 盐酸溶液(1 mol/L):吸取 83 mL 盐酸(4.4),用水稀释至 1 000 mL。
- 4.31 Tris 缓冲液:称取 121 g 三羟甲基氨基甲烷(4.5)溶于 500 mL 水中,用冰乙酸(4.1)调 pH 至 8.0~8.3,加水至 1 000 mL,贮存于 2℃~4℃冰箱中,可保存两周。
- 4.32 生理盐水:称取 9 g 氯化钠(4.11)溶于 1 000 mL 水中。临用前,取生理盐水分装于 2 支~4 支试管中,每支约加 10 mL,塞好棉塞,于 121℃高压灭菌 10 min 后备用。
- 4.33 乙醇溶液(1+4):量取 200 mL 无水乙醇(4.14)与 800 mL 水混匀。
- 4.34 碳酸钠溶液(0.08 mol/L):称取 0.85 g 碳酸钠(4.7),加水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.35 碱性磷酸酶溶液:称取 2 g 碱性磷酸酶(4.16)加水溶解并稀释至 100 mL。临用现配,用前 2℃~4℃冰箱冷藏。
- 4.36 碳酸氢钠溶液(0.02 mol/L):称取 1 g 碳酸氢钾(4.6),加水溶解并稀释至 500 mL。混匀。
- 4.37 活化 Dowex 1X8:称取 100 g Dowex 1X8(4.15)于锥形瓶中,加入 1 L 盐酸溶液(4.30)于振荡器上充分振摇 10 min,用铺有滤纸的布氏漏斗过滤。再加入 1 L 盐酸溶液重复振摇、过滤。加入 1 L 水振摇 10 min,过滤,用水洗涤 Dowex 1X8 10 次。逐滴加入 Tris 缓冲液(4.31)调节 Dowex 1X8 pH 至 8.0。2℃~4℃冰箱保存,两天内用完。
- 4.38 鸽子肝脏提取液:配制此试剂前一天将所用容器放入 2℃~4℃冰箱中冷藏过夜。
  - 4.38.1 称取 30 g 鸽子肝脏丙酮提取物(4.17)放入冷的研钵中,冰浴条件下分两次加入 300 mL 碳酸氢钾溶液(4.36)研磨至匀浆,转入预冷的具塞离心管中,盖好塞后充分振摇,-20℃冷冻 10 min 后以 3 000 r/min 离心 5 min,将上清液转至 500 mL 预冷的广口瓶中。
  - 4.38.2 加 150 g 活化 Dowex 1X8(4.37),放入冰浴中振摇 5 min,将混合液倒入离心管中,3 000 r/min 离心 5 min。将上清液移入另一 500 mL 预冷的广口瓶中,-20℃冷冻 10 min。
  - 4.38.3 重复 4.38.2 步骤操作一次。将上清液分装于具塞试管中(每管大约 3 mL),-20℃冷冻保存。用前化冻并保存于 2℃~4℃冰箱内直至用时。
- 4.39 泛酸标准储备液(40.0 μg/mL):精确称取 43.5 mg 预干燥至恒重的 D-泛酸钙(4.18)于 1 000 mL 容量瓶中,用约 500 mL 水溶解,加入 10 mL 乙酸溶液(4.26),100 mL 乙酸钠溶液(4.27),用水定容至刻度。加入 3 滴~5 滴甲苯(4.23)于 2℃~4℃冰箱中贮存两年。

2) 由 Sigma 公司提供的产品。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

4.40 泛酸标准中间液(1.00  $\mu\text{g/mL}$ ):准确吸取 25.0 mL 泛酸标准储备液(4.39)置于 1 000 mL 容量瓶中,加入 10 mL 乙酸溶液(4.26),100 mL 乙酸钠溶液(4.27),用水定容至刻度。加入 3 滴~5 滴甲苯(4.23)于 2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱中贮存一年。

4.41 泛酸标准工作液(0.020  $\mu\text{g/mL}$ ):准确吸取 2.00 mL 泛酸标准中间液(4.40)置于 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。此标准工作液现用现配。

4.42 溴麝香草酚蓝溶液:称取 0.1 g 溴麝香草酚蓝(4.24)于研钵中,加 1.6 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.29)研磨,加少许水继续研磨至完全溶解,用水稀释至 250 mL。此指示剂变色终点为草绿色(pH 6.8)。

4.43 溴甲酚绿溶液:称取 0.1 g 溴甲酚绿(4.25)于小研钵中,加 1.4 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液研磨(4.29),加少许水继续研磨,直至完全溶解,用水稀释至 250 mL。此指示剂变色终点为草绿色(pH 4.5)。

4.44 甲盐溶液:分别称取 25 g 磷酸氢二钾(4.8)和 25 g 磷酸二氢钾(4.9),加水溶解并稀释至 500 mL。加入 3 滴~5 滴甲苯,2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱可保存一年。

4.45 乙盐溶液:分别称取 10 g 硫酸镁(4.10)、0.5 g 氯化钠(4.11)、0.5 g 硫酸亚铁(4.12)和 0.5 g 硫酸锰(4.13),加水溶解并稀释至 500 mL。加 5 滴盐酸(4.4),2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱保存一年。

4.46 基础培养液:可按附录 A 配制泛酸测定用基础培养液。也可直接由试剂公司购买泛酸培养基干粉(pantothenate medium)<sup>3)</sup>,用前根据需要量按说明书配制,效力相当。

4.47 菌种储备用琼脂培养基:按表 1 各成分用量称取或吸取后,加水至 100 mL,沸水浴加热至琼脂完全溶化。趁热以溴麝香草酚蓝为外指示剂,用 1 mol/L 盐酸溶液(4.30)调节指示剂呈草绿色(pH 6.8),如过量用 1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.28)回调 pH 至 6.8。尽快分装于试管中,每管 3 mL~5 mL,视试管内径粗细而定,液面高度不得低于 2 cm。塞上棉塞,121  $^{\circ}\text{C}$  高压灭菌 10 min,取出后直立放置,待冷却后于冰箱内保存。

表 1 菌种储备用培养基配制一览表

| 试剂     | 用量     |
|--------|--------|
| 葡萄糖    | 1.0 g  |
| 蛋白胨    | 0.8 g  |
| 酵母提取物  | 0.2 g  |
| 三水合乙酸钠 | 1.7 g  |
| 甲盐溶液   | 0.2 mL |
| 乙盐溶液   | 0.2 mL |
| 琼脂     | 1.2 g  |

## 5 仪器和设备

5.1 天平:感量 0.1 mg。

5.2 电热恒温培养箱:37  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  1  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 压力蒸汽消毒器。

5.4 旋涡混匀器。

5.5 离心机。

3) 由 Difco 公司提供的产品。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

- 5.6 振荡器。
- 5.7 接种针和接种环。
- 5.8 pH计:精度 $\pm 0.01$ 。
- 5.9 分光光度计。
- 5.10 超净工作台。

## 6 菌种的制备与保存

6.1 菌种:植物乳杆菌 *Lactobacillus plantarum* (ATCC 8014)。

6.2 储备菌种的制备:将植物乳杆菌 *Lactobacillus plantarum* (ATCC 8014)菌种接种于菌种储备用琼脂培养基(4.47)中,在 $37\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温箱中培养 $16\text{ h}\sim 24\text{ h}$ ,取出后放入 $2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存。至少每隔7 d传种一次。保存数周以上的储备菌种,不能立即用作接种液制备,需在使用前每天接种一次,连续传代2次~3次后方可使用,以增加细菌活力,提高细菌的灵敏度。

6.3 接种液的制备:试验前一天,取2 mL泛酸标准工作液和3 mL基础培养液混合,分装于两支10 mL离心管中,塞好棉塞,于 $121\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高压灭菌10 min后即作为种子培养液。将培养 $16\text{ h}\sim 24\text{ h}$ 的植物乳杆菌 *Lactobacillus plantarum* (ATCC 8014)储备菌种转种至两支种子培养液中,于 $37\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温培养箱中培养 $16\text{ h}\sim 20\text{ h}$ 。取出后 $3\,000\text{ r/min}$ 离心10 min,弃上清液,用已灭菌的生理盐水淋洗两次, $3\,000\text{ r/min}$ 离心10 min,弃上清液。再加入3 mL灭菌生理盐水,混匀后立即使用。

## 7 测定步骤

所有操作均需避光进行。

### 7.1 试样提取

7.1.1 食品(包括各类食品及以食物为基质的营养强化食品和保健食品)

7.1.1.1 水解:准确称取适量试样至100 mL锥形瓶中(精确至0.001 g),使泛酸含量大致在 $50\text{ }\mu\text{g}\sim 200\text{ }\mu\text{g}$ 。一般固体试样称取 $2\text{ g}\sim 5\text{ g}$ ;液体试样称取 $5\text{ g}\sim 10\text{ g}$ ;营养强化或保健食品试样称取 $0.3\text{ g}\sim 2\text{ g}$ 。加10 mL Tris缓冲液(4.31)、30 mL水,混匀。于 $121\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高压条件下水解15 min。冷却至室温,转移至100 mL容量瓶中,用水定容至刻度( $V_1$ ),过滤。

7.1.1.2 酶解:吸取1.0 mL水解液( $V_2$ )于25 mL具塞刻度试管底部,在冰浴条件下,分别小心加入预冷的0.1 mL碳酸氢钠溶液(4.35)、0.4 mL碱性磷酸酶溶液、0.2 mL鸽子肝脏提取液和0.4 mL水。分别小心混匀每个试管,避免混合物粘附于试管壁,加1滴甲苯, $37\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温箱中培养过夜(4 h以上)。加水至20 mL,以溴甲酚绿溶液为外指示剂,用冰乙酸调节pH至4.5,加水定容至25.0 mL( $V_3$ ),过滤。

7.1.1.3 调节pH值:吸取适量的澄清酶解液( $2.0\text{ mL}\sim 10.0\text{ mL}$ , $V_4$ )于25 mL具塞刻度试管中,以溴麝香草酚蓝溶液为外指示剂,用0.1 mol/L氢氧化钠溶液(4.29)调节pH至6.8,用水定容至25.0 mL( $V_5$ )。根据试样中泛酸含量必要时用水对试样提取液进行稀释( $f$ ),使稀释后试样提取液中泛酸浓度在 $0.02\text{ }\mu\text{g/mL}\sim 0.03\text{ }\mu\text{g/mL}$ 范围内。

7.1.1.4 酶空白液:另取一试管分别加入1.0 mL Tris缓冲液、0.1 mL碳酸氢钠溶液、0.4 mL碱性磷酸酶溶液、0.2 mL鸽子肝脏提取液和0.4 mL水,混匀后于 $37\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温箱中培养过夜。以溴麝香草酚蓝为外指示剂,用0.1 mol/L氢氧化钠溶液调节pH至6.8,加水定容至25.0 mL,即为酶空白液。

### 7.1.2 营养素补充剂、强化剂、维生素预混料等

固体准确称取 $0.300\text{ g}\sim 1.000\text{ g}$ ,液体准确吸取 $3.0\text{ mL}\sim 10.0\text{ mL}$ ,转入100 mL锥形瓶中,加入乙醇溶液(1+4)80 mL,振摇提取过夜(4 h以上至试样完全溶解),用水定容至100 mL( $V_1$ )。根据试样中泛酸含量用水对进行适当稀释( $f$ ),使稀释后试样提取液中泛酸浓度在 $0.02\text{ }\mu\text{g/mL}\sim 0.03\text{ }\mu\text{g/mL}$ 范围内。

## 7.2 测定管制备

7.2.1 试样管和酶空白管:取四支试管,分别加入 1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 试样酶解液( $V_6$ )或酶空白液( $V_0$ ),补水至体积为 5.0 mL,再加入 5.0 mL 基础培养液(4.46),混匀。

7.2.2 标准系列管:分别吸取泛酸标准工作液 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 于试管中,相当于标准系列管中泛酸含量为 0.0  $\mu\text{g}$ 、0.020  $\mu\text{g}$ 、0.040  $\mu\text{g}$ 、0.060  $\mu\text{g}$ 、0.080  $\mu\text{g}$ 、0.100  $\mu\text{g}$  泛酸。加水至 5.0 mL,再加入 5.0 mL 基础培养液(4.46),混匀。为保证标准曲线的线性关系,至少应制备两套标准系列管,绘制标准曲线时,以每点的均值计算。

## 7.3 培养

7.3.1 灭菌:将所有测定管塞好棉塞,于 121  $^{\circ}\text{C}$  高压灭菌 10 min。

7.3.2 接种和培养:待试管冷却至室温后,在无菌操作条件下,每管接种一滴接种液。置于 37  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  1  $^{\circ}\text{C}$  恒温培养箱中培养 16 h~20 h,直至达到最大混浊度,即再培养 2 h 透光率变化不超过 2%。另准备一支标准管(含 0.0  $\mu\text{g}$  泛酸)不接种作为对照。

## 7.4 测定

将培养好的试样管、酶空白管、标准系列管用旋涡混匀器混匀。用厚度为 1 cm 比色杯,在 640 nm 处,以未接种的标准管调节透光率为 100%,然后依次测定标准系列管、试样管和酶空白管的透光率。如果接种后标准系列管中的 0 管透光率在 90% 以下,或与未接种的标准管相比标准系列管透光率最大变化量在 40% 以下时,说明有杂菌或不明来源的泛酸混入,需重做实验。

## 7.5 结果计算

以标准系列管泛酸含量为横坐标、透光率为纵坐标,绘制标准曲线。从标准曲线查得试样管和酶空白管中泛酸的相应含量,如果每个试样的四支试样管中有两支以上泛酸含量在 0.02  $\mu\text{g}$ ~0.1  $\mu\text{g}$  范围内,则可继续进行结果计算,否则需重新取样测定。

食品试样首先按式(1)计算酶空白液中泛酸含量,然后按式(2)计算试样中泛酸含量。

$$m = \frac{m_0 \times 25}{V_0} \quad \text{.....(1)}$$

式中:

$m$ ——酶空白液中泛酸含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——从标准曲线上查得酶空白管中泛酸含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

25——酶空白液总体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——制备酶空白管时吸取的酶空白液体积,单位为毫升(mL)。

$$X = \frac{\left(\frac{m_1}{V_6} \times \frac{V_5}{V_4} \times V_3 \times f - m\right) \times V_1}{m_2 \times V_2} \times \frac{100}{1\,000} \quad \text{.....(2)}$$

式中:

$X$ ——试样中泛酸含量,单位为毫克每百克(mg/100 g);

$m_1$ ——从标准曲线上查得试样管中泛酸含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_6$ ——制备试样管时吸取的试样稀释液体积,单位为毫升(mL);

$V_5$ ——试样稀释液的定容体积,单位为毫升(mL);

$V_4$ ——试样稀释时吸取的酶解液体积,单位为毫升(mL);

$V_3$ ——试样酶解液的定容体积,单位为毫升(mL);

$f$ ——试样稀释倍数;

$m$ ——酶空白液中泛酸含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_1$ ——试样水解液的定容体积,单位为毫升(mL);

$m_2$ ——试样质量,单位为克(g);

$V_2$ ——试样酶解时吸取的水解液体积,单位为毫升(mL);

$\frac{100}{1\ 000}$ ——由微克每克( $\mu\text{g/g}$ )换算为毫克每百克( $\text{mg}/100\ \text{g}$ )的系数。

营养素补充剂、强化剂、维生素预混料等试样按式(3)计算泛酸含量。

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times f}{m_2 \times V_6} \times \frac{100}{1\ 000} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$X$ ——试样中泛酸含量,单位为毫克每百克( $\text{mg}/100\ \text{g}$ );

$m_1$ ——从标准曲线上查得试样管中泛酸含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_1$ ——试样水解液的定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$f$ ——试样稀释倍数;

$m_2$ ——试样质量,单位为克( $\text{g}$ );

$V_6$ ——制备试样管时吸取的试样稀释液体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$\frac{100}{1\ 000}$ ——由微克每克( $\mu\text{g/g}$ )换算为毫克每百克( $\text{mg}/100\ \text{g}$ )的系数。

## 8 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%。

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 附录 A

## (资料性附录)

## 泛酸测定用基础培养液的配制方法

## A.1 试剂

A.1.1 不含维生素的酪蛋白(vitamin free casein)。

A.1.2 盐酸(HCl)。

A.1.3 盐酸溶液:3 mol/L,1 mol/L。

A.1.4 氢氧化钠(NaOH)溶液:10 mol/L,1 mol/L。

A.1.5 活性炭。

A.1.6 硫酸腺嘌呤( $C_{10}H_{10}N_{10} \cdot H_2SO_4$ )。

A.1.7 盐酸鸟嘌呤( $C_5H_5N_5O_5 \cdot HCl$ )。

A.1.8 尿嘧啶( $C_4H_4N_2O_2$ )。

A.1.9 L-胱氨酸( $C_6H_{12}N_2O_4S_2$ )。

A.1.10 L-色氨酸或 DL-色氨酸( $C_{11}H_{12}N_2O_2$ )。

A.1.11 核黄素( $C_{17}H_{20}N_4O_6$ )。

A.1.12 盐酸硫胺素( $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$ )。

A.1.13 生物素( $C_{10}H_{16}N_2O_3S$ )。

A.1.14 乙酸( $C_2H_4O_2$ )溶液:0.02 mol/L。

A.1.15 对氨基苯甲酸( $C_7H_7NO_2$ )。

A.1.16 尼克酸( $C_6H_5NO_2$ )。

A.1.17 盐酸吡哆醇( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )。

A.1.18 无水乙醇( $C_2H_6O$ )。

A.1.19 乙醇溶液(1+3)。

A.1.20 聚山梨酯-80(吐温-80)。

A.1.21 无水葡萄糖( $C_6H_{12}O_6$ )。

A.1.22 三水合乙酸钠( $C_2H_3O_2Na \cdot 3H_2O$ )。

A.1.23 甲苯( $C_7H_8$ )。

A.1.24 溴酚蓝( $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$ )溶液:称取 0.1 g 溴酚蓝,用少量无水乙醇(A.1.18)溶解后,用乙醇稀释至 100 mL。此指示剂变色终点为草绿色(pH 3.5)。

A.1.25 溴麝香草酚蓝( $C_{27}H_{28}Br_2O_5S$ )溶液:按 4.42 配制。

A.1.26 酸解酪蛋白液:称取 50 g 不含维生素的酪蛋白(A.1.1)于 500 mL 烧杯中,加 200 mL 3 mol/L 盐酸溶液(A.1.3),于 121 °C 高压水解 6 h。将水解物转移至蒸发皿内,在沸水浴上蒸发至膏状。加 200 mL 水使之溶解后再蒸发至膏状,如此反复 3 次,以除去盐酸。以溴酚蓝溶液作外指示剂,用 10 mol/L 氢氧化钠溶液(A.1.4)调节 pH 值至指示剂颜色转为草绿色(pH 3.5)。加 20 g 活性炭(A.1.5),振摇约 20 min,过滤。重复活性炭处理直至滤液呈淡黄色或无色。滤液加水稀释至 1 000 mL,加 1 mL~3 mL 甲苯(A.1.23),置 2 °C~4 °C 冰箱中可保存一年。

注:每次蒸发时不可蒸干或焦糊,以避免所含营养素破坏。

A.1.27 腺嘌呤-鸟嘌呤-尿嘧啶溶液:分别称取硫酸腺嘌呤(A.1.6)、盐酸鸟嘌呤(A.1.7)和尿嘧啶(A.1.8)各 0.1 g 于 250 mL 烧杯中,加 75 mL 水和 2 mL 盐酸(A.1.2),加热使其完全溶解后冷却。若有沉淀产生,再加盐酸数滴,加热,如此反复直至冷却后无沉淀产生为止。用水稀释至 100 mL,加

3 滴~5 滴甲苯,贮存于棕色试剂瓶中,置 2℃~4℃冰箱中可保存一年。

A. 1.28 胱氨酸-色氨酸溶液:分别称取 4 g L-胱氨酸(A. 1.9)和 1 g L-色氨酸或 2 g DL-色氨酸(A. 1.10)于 800 mL 水中,加热至 70℃~80℃,逐滴加入 3 mol/L 盐酸溶液(A. 1.3),不断搅拌,直至完全溶解为止。冷却至室温后加水稀释至 1 000 mL。加 3 滴~5 滴甲苯,贮存于棕色试剂瓶中,于 2℃~4℃冰箱中可保存一年。

A. 1.29 维生素液 I:分别称取 20 mg 核黄素(A. 1.11)和 10 mg 盐酸硫胺素(A. 1.12),加入 1.0 mL 生物素溶液(40 μg/mL),用 0.02 mol/L 乙酸溶液(A. 1.14)溶解并定容至 1 000 mL。加入 3 滴~5 滴甲苯,贮存于棕色试剂瓶中,2℃~4℃冰箱可保存一年。

A. 1.30 维生素液 II:分别称取 10 mg 对氨基苯甲酸(A. 1.15)、50 mg 尼克酸(A. 1.16)和 40 mg 盐酸吡哆醇(A. 1.17),溶于 1 000 mL 乙醇溶液(A. 1.19)中。加入 3 滴~5 滴甲苯,贮存于棕色试剂瓶中,2℃~4℃冰箱可保存一年。

A. 1.31 聚山梨酯-80 溶液:将 25 g 聚山梨酯-80(A. 1.20)用乙醇(A. 1.18)溶解并稀释至 250 mL。2℃~4℃冰箱可保存一年。

A. 1.32 甲盐溶液:按 4.44 配制。

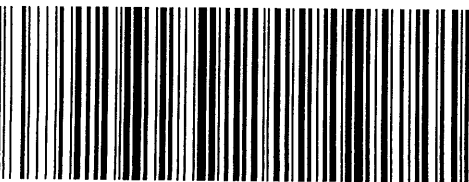
A. 1.33 乙盐溶液:按 4.45 配制。

## A.2 基础培养液

配制 250 mL 基础培养液,按表 A.1 各成分用量吸取液体试剂,混合后加水 150 mL,依次加入固体试剂,煮沸搅拌 2 min。以溴麝香草酚蓝溶液为外指示剂,用 10 mol/L 或 1 mol/L 氢氧化钠溶液调节基础培养液 pH 值直至指示剂变为草绿色(pH 6.8);如果指示剂变蓝说明加入的氢氧化钠溶液过量,以 1 mol/L 盐酸溶液回调指示剂至草绿色。加入乙盐溶液 5 mL,用水补至 250 mL。2℃~4℃冰箱内可保存 7 d。配制时可根据基础培养液用量按比例增减。

表 A.1 泛酸测定用基础培养液配制一览表

| 试剂   |               | 用量     | 试剂   |            | 用量      |
|------|---------------|--------|------|------------|---------|
| 液体试剂 | 酸解酪蛋白液        | 25 mL  | 液体试剂 | 聚山梨酯-80 溶液 | 0.25 mL |
|      | 腺嘌呤-鸟嘌呤-尿嘧啶溶液 | 5.0 mL |      | 甲盐溶液       | 5.0 mL  |
|      | 维生素溶液 I       | 5.0 mL | 固体试剂 | 无水葡萄糖      | 10 g    |
|      | 维生素溶液 II      | 5.0 mL |      | 三水合乙酸钠     | 8.3 g   |
|      | 胱氨酸-色氨酸溶液     | 25 mL  |      |            |         |



GB/T 5009.210-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-36047

定价: 14.00 元



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.211—2008

## 食品中叶酸的测定

Determination of folates in foods

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-11-21 发布

2009-03-01 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

本标准修改采用国际分析家学会(AOAC INTERNATIONAL)中 AOAC 944.12《维生素预混料中叶酸的测定》(Folic acid in vitamin preparations)。

本标准与 AOAC 944.12 相比主要差异为：

- 增加了普通食品试样提取步骤；
- 扩大了适用范围。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、辽宁省疾病预防控制中心、浙江省医学科学院、北京市营养源研究所。

本标准主要起草人：王竹、杨晶明、张旭、马景宏、唐靓、李跃中、王克诚。

 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 食品中叶酸的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中叶酸的测定方法。

本标准适用于食品中叶酸的测定。

本标准的检出限:普通食品,当称样量为 5 g 时,检出限为 2  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ;营养素补充剂、强化剂及预混料,当称样量为 1 g 时,检出限为 2  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ 。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

### 3 原理

叶酸是细菌生长所必需的营养素,在一定控制条件下,细菌的生长响应与培养基中叶酸含量呈线性关系。用比浊法测定试样液中细菌增殖后的混浊度,通过与标准曲线相比较计算出试样中叶酸的含量。

### 4 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水为 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 甲苯( $\text{C}_7\text{H}_8$ )。
- 4.2 磷酸钠( $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.3 磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.4 抗坏血酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ )。
- 4.5 无水乙醇( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ )。
- 4.6 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )。
- 4.7 盐酸( $\text{HCl}$ )。
- 4.8 鸡胰酶(chicken pancrease)<sup>1)</sup>。
- 4.9 木瓜蛋白酶(papain)<sup>2)</sup>。
- 4.10 淀粉酶(taka-diastase)<sup>2)</sup>。
- 4.11 叶酸( $\text{C}_{19}\text{H}_{19}\text{N}_7\text{O}_6$ ):纯度 $>98\%$ 。
- 4.12 葡萄糖( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ )。
- 4.13 蛋白胨(peptone)。
- 4.14 酵母提取物(yeast extract)。

1) 由 Difco 公司提供的产品。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

2) 由 Sigma 公司提供的产品。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

- 4.15 琼脂。
- 4.16 磷酸氢二钾( $K_2HPO_4$ )。
- 4.17 磷酸二氢钾( $KH_2PO_4 \cdot 3H_2O$ )。
- 4.18 硫酸镁( $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ )。
- 4.19 氯化钠( $NaCl$ )。
- 4.20 硫酸亚铁( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ )。
- 4.21 硫酸锰( $MnSO_4 \cdot H_2O$ )。
- 4.22 溴麝香草酚蓝( $C_{27}H_{28}Br_2O_5S$ ):指示剂。
- 4.23 磷酸缓冲液(0.05 mol/L, pH 6.8):分别称取 4.35 g 磷酸钠(4.2)和 10.39 g 磷酸氢二钠(4.3),用水溶解至 1 L。临用前按大约 5 g/L 的比例加入抗坏血酸(4.4),使 pH 值为 6.8。
- 4.24 乙醇溶液(1+4):量取 200 mL 乙醇(4.5)与 800 mL 水混匀。
- 4.25 氢氧化钠乙醇溶液(0.01 mol/L):称取 0.4 g 氢氧化钠(4.6)用乙醇溶液(1+4)(4.24)溶解并稀释至 1 000 mL。
- 4.26 氢氧化钠溶液(1 mol/L):称取 4 g 氢氧化钠(4.6),加水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.27 盐酸溶液(1 mol/L):吸取 8.4 mL 盐酸(4.7),用水稀释至 100 mL。
- 4.28 鸡胰酶液:称取 100 mg 鸡胰酶(4.8),加入 20 mL 磷酸缓冲液(4.23),研磨至匀浆。现用现配。
- 4.29 蛋白酶-淀粉酶液:分别称取 200 mg 木瓜蛋白酶(4.9)和淀粉酶(4.10),加入 20 mL 磷酸缓冲液(4.23)研磨至匀浆。现用现配。
- 4.30 叶酸标准储备液(20.0  $\mu\text{g/mL}$ ):精确称取 20.0 mg 叶酸(4.11)置于 1 L 容量瓶中,用氢氧化钠乙醇溶液(4.25)溶解并定容至刻度。储存于棕色瓶中,2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱保存两年。当叶酸(4.11)纯度不够或储存时间超过半年以上时,需按附录 A 进行浓度标定后再使用。
- 4.31 叶酸标准中间液(20.0  $\text{ng/mL}$ ):准确吸取 1.00 mL 叶酸标准储备液(4.30)置于 1 L 容量瓶中,用氢氧化钠乙醇溶液(4.25)稀释并定容至刻度,混匀后储存于棕色瓶中 2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱保存一年。
- 4.32 叶酸标准工作液(0.200  $\text{ng/mL}$ ):临用前吸取 1.00 mL 叶酸标准中间液(4.31),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度。临用前现配。
- 4.33 甲盐溶液:分别称取 25 g 磷酸氢二钾(4.16)和 25 g 磷酸二氢钾(4.17),加水溶解并稀释至 500 mL。加入 3 滴~5 滴甲苯,2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱可保存一年。
- 4.34 乙盐溶液:分别称取 10 g 硫酸镁(4.18)、0.5 g 氯化钠(4.19)、0.5 g 硫酸亚铁(4.20)和 0.5 g 硫酸锰(4.21),加水溶解并稀释至 500 mL。加 5 滴盐酸(4.7),2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱保存一年。
- 4.35 溴麝香草酚蓝溶液:称取 0.1 g 溴麝香草酚蓝(4.22)于研钵中,加 1.6 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液研磨,加少许水继续研磨至完全溶解,用水稀释至 250 mL。此指示剂变色终点为草绿色(pH 6.8)。
- 4.36 基础培养液:可按附录 B 配制叶酸测定用基础培养液,也可直接由试剂公司购买叶酸测定培养基干粉(folic acid casein medium)<sup>3)</sup>,用前根据需要量按说明书配制。效力相当。
- 4.37 菌种储备用琼脂培养基:按表 1 各成分用量称取或吸取混合后,加水至 100 mL,沸水浴加热至琼脂完全溶化。趁热以溴麝香草酚蓝为外指示剂,用 1 mol/L 盐酸溶液(4.27)调节 pH 至指示剂呈草绿色,如过量用 1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.26)回调 pH 至 6.8。尽快分装于试管中,每管 3 mL~5 mL,视试管内径粗细而定,液面高度不得低于 2 cm。塞上棉塞,121  $^{\circ}\text{C}$  高压灭菌 10 min,取出后直立放置,待冷却后于冰箱内保存。

3) 由 Difco 公司提供的产品商品名。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

表 1 菌种储备用琼脂培养基配制一览表

| 试 剂     | 用 量    |
|---------|--------|
| 葡萄糖     | 1.0 g  |
| 蛋白胨     | 0.8 g  |
| 酵母提取物干粉 | 0.2 g  |
| 三水合乙酸钠  | 1.7 g  |
| 甲盐溶液    | 0.2 mL |
| 乙盐溶液    | 0.2 mL |
| 琼脂      | 1.2 g  |

## 5 仪器和设备

- 5.1 天平:感量 0.1 mg。
- 5.2 电热恒温培养箱:37℃±1℃。
- 5.3 压力蒸汽消毒器。
- 5.4 旋涡混匀器。
- 5.5 离心机。
- 5.6 接种针和接种环。
- 5.7 pH 计:精度±0.01。
- 5.8 分光光度计。
- 5.9 超净台。

## 6 菌种的制备与保存

- 6.1 菌种:干酪乳杆菌 *Lactobacillus casei* (ATCC 7469)。
- 6.2 储备菌种的制备:将干酪乳杆菌菌种转接至菌种储备用琼脂培养基(4.37)中,在 37℃±1℃恒温培养箱中培养 16 h~24 h。取出后放入 2℃~4℃冰箱中保存,至少每隔 7 d 传种一次。保存数周以上的储备菌种,不能立即用作接种液制备,需在使用前每天接种一次,连续传代 2 次~3 次后方可使用,以增加细菌活力,提高细菌的灵敏度。
- 6.3 接种液的制备:试验前一天,取 1 mL 叶酸标准工作液和 10 mL 基础培养液混匀,分装至四支 5 mL 离心管中,塞上棉塞,于 121℃高压灭菌 15 min 后即为种子培养液。冷却后用接种环将培养了 16 h~24 h 的干酪乳杆菌储备菌种转种至两支种子培养液中,于 37℃±1℃恒温培养箱中培养 16 h~20 h。取出后将种子培养液混悬,无菌操作下吸取 0.2 mL 转种至另两支已消毒的种子培养液中,于 37℃±1℃再培养 6 h。振荡混匀,制成菌种混悬液,立即使用。

## 7 测定步骤

所有操作均需避光进行。

### 7.1 试样提取

7.1.1 普通食品:准确称取适量试样(约含 0.2 μg~2 μg 叶酸),精确至 0.001 g。一般谷薯类、肉类、鱼类、乳类、果蔬、藻类 2 g~5 g;蛋类、豆类、坚果类、饲料等 1 g~3 g;内脏 0.2 g~1 g;半流质或流质 5 g~10 g。转入 100 mL 锥形瓶中,加 30 mL 磷酸缓冲液(4.23),振摇后于 121℃高压水解 15 min,取出冷却至室温。加入 1 mL 鸡胰酶液(4.28),如试样中含有蛋白质、淀粉需另加入 1 mL 蛋白酶-淀粉酶液(4.29)。加入 3 滴~5 滴甲苯,充分混合,置于 37℃±1℃恒温培养箱内酶解 16 h~20 h。取出,转

入 100 mL 容量瓶,加水定容至刻度,过滤。另取一支 25 mL 刻度试管,加入 15 mL 磷酸缓冲液,1 mL 鸡胰酶液和(或)1 mL 蛋白酶-淀粉酶液,混合,同试样一起温育后,加水定容至 25.0 mL 后过滤,此为酶空白液。

7.1.2 营养素补充剂、强化剂及预混料:准确称取 0.1 g~0.5 g 试样,精确至 0.001 g,转入 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 氢氧化钠乙醇溶液(4.25)振摇提取过夜(4 h 以上),用水定容至刻度。

## 7.2 稀释

如有必要,用水对试样提取液进行适当稀释,使稀释后试样提取液中叶酸含量在 0.2 ng/mL~0.4 ng/mL 范围内。

## 7.3 测定管制备

7.3.1 试样管和酶空白管:取三支试管,分别加入试样提取液或酶空白液 0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL,补水至 5.0 mL,加入 5.0 mL 基础培养液(4.36),混匀。

7.3.2 标准系列管:取试管分别加入叶酸标准工作液 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL、4.00 mL 和 5.00 mL,加水至 5.00 mL,相当于标准系列管中叶酸含量为 0.00 ng、0.05 ng、0.10 ng、0.20 ng、0.30 ng、0.40 ng、0.50 ng、0.60 ng、0.80 ng、1.00 ng。加 5.0 mL 基础培养液(4.36),混匀。为保证标准曲线的线性关系,至少应制备两套标准系列管,绘制标准曲线时,以每点的均值计算。

## 7.4 培养

7.4.1 灭菌:将所有测定管塞好棉塞,于 121 °C 高压灭菌 15 min。

7.4.2 接种和培养:快速冷却试管至室温,在无菌操作条件下,每管接种一滴菌种混悬液。置于 37 °C±1 °C 恒温培养箱中培养 20 h~40 h,直至获得最大混浊度,即再培养 2 h,透光率变化不超过 2%。另准备一支标准管(含 0.0 ng 叶酸)不接种作为对照。

## 7.5 测定

将培养好的试样管、酶空白管、标准系列管用旋涡混匀器混匀。用厚度为 1 cm 比色杯,于 540 nm 处,以未接种的标准管调节透光率为 100%,然后依次测定标准系列管、试样管和酶空白管的透光率。如果接种后标准系列管中的 0 管透光率在 90% 以下,或与未接种的标准管相比标准系列管透光率最大变化量在 40% 以下时,说明有杂菌或不明来源的叶酸混入,需重做实验。

## 7.6 结果计算

以标准系列管叶酸含量为横坐标、透光率为纵坐标,绘制标准曲线。从标准曲线查得试样管或酶空白管中叶酸的相应含量,如果每个试样的三支试样管中有两支叶酸含量落在 0.20 ng~1.0 ng 范围内则可继续按式(1)、式(2)进行结果计算,否则需重新取样测定。

酶空白液中叶酸含量按式(1)计算:

$$m_1 = \frac{m_2 \times 25}{V_0} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——鸡胰酶液或(和)蛋白酶-淀粉酶液中叶酸含量,单位为纳克(ng);

$m_2$ ——从标准曲线上查得酶空白管中叶酸含量,单位为纳克(ng);

25——酶空白液总体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——制备酶空白管时吸取的酶空白液体积,单位为毫升(mL)。

试样中叶酸含量按式(2)计算:

$$X = \frac{\frac{m_3}{V_1} \times V_2 \times f - m_1}{m} \times \frac{100}{1\,000} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X$ ——试样中叶酸含量,单位为微克每百克( $\mu\text{g}/100\text{ g}$ );

$m_3$ ——从标准曲线上查得试样管中叶酸含量,单位为纳克(ng);

$V_1$ ——制备试样管时吸取的试样液体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——试样提取液定容体积,单位为毫升(mL);

$f$ ——试样液稀释倍数;

$m_1$ ——鸡胰酶液或(和)蛋白酶-淀粉酶液中叶酸含量,单位为纳克(ng);

$m$ ——试样质量,单位为克(g);

$\frac{100}{1\ 000}$ ——由纳克每克(ng/g)换算为微克每百克( $\mu\text{g}/100\text{ g}$ )的系数。

注: 营养素补充剂、强化剂及预混料等试样提取步骤中因无酶解处理,故无需计算酶空白液中叶酸含量,即式(2)中  $m_1=0$ 。

## 8 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%。

 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 附 录 A (资料性附录)

### 叶酸标准储备液浓度的测定

#### A.1 测定

准确吸取 1.0 mL 标准储备液至 10 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液(0.1 mol/L)定容至刻度。以氢氧化钠溶液(0.1 mol/L)调零点,比色杯厚度 1 cm,波长 256 nm,用紫外分光光度计测定三次吸光度值,取平均值。

#### A.2 计算

按式(A.1)计算标准储备液叶酸浓度。

$$c = \frac{\bar{A}}{E} \times M \times 10 \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$c$ ——标准储备液中叶酸浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\bar{A}$ ——平均吸光度值;

$E$ ——摩尔消光系数,24 500;

$M$ ——叶酸相对分子质量,441.42;

10——稀释倍数;

$10^3$ ——由克每升换算为微克每毫升的换算系数。

## 附录 B

(资料性附录)

## 叶酸测定用基础培养液的配制方法

## B.1 试剂

- B.1.1 无水乙醇( $C_2H_5O$ )。
- B.1.2 不含维生素的酪蛋白(vitamin free casein)。
- B.1.3 碳酸氢钠( $NaHCO_3$ )。
- B.1.4 碳酸氢钠( $NaHCO_3$ )溶液:0.1 mol/L。
- B.1.5 盐酸(HCl)。
- B.1.6 盐酸溶液:3 mol/L,1 mol/L。
- B.1.7 氢氧化钠(NaOH)溶液:10 mol/L,1 mol/L。
- B.1.8 胰酶(pancreatin)。
- B.1.9 甲苯。
- B.1.10 硅藻土。
- B.1.11 冰乙酸( $C_2H_4O_2$ )。
- B.1.12 乙酸溶液:0.02 mol/L。
- B.1.13 活性炭。
- B.1.14 硫酸腺嘌呤( $C_{10}H_{10}N_{10} \cdot H_2SO_4$ )。
- B.1.15 盐酸鸟嘌呤( $C_5H_5N_5O_5 \cdot HCl$ )。
- B.1.16 尿嘧啶( $C_4H_4N_2O_2$ )。
- B.1.17 黄嘌呤( $C_5H_4N_4O_2$ )。
- B.1.18 氨水( $NH_3O$ )。
- B.1.19 三水合乙酸钠( $C_2H_3O_2Na \cdot 3H_2O$ )。
- B.1.20 核黄素( $C_{17}H_{20}N_4O_6$ )。
- B.1.21 生物素( $C_{10}H_{16}N_2O_3S$ )。
- B.1.22 对氨基苯甲酸( $C_7H_7NO_2$ )。
- B.1.23 盐酸吡哆醇( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )。
- B.1.24 盐酸硫胺素( $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$ )。
- B.1.25 泛酸钙( $C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$ )。
- B.1.26 尼克酸( $C_6H_5NO_2$ )。
- B.1.27 聚山梨酯-80(吐温-80)。
- B.1.28 还原型谷胱甘肽( $C_{10}H_{17}N_3O_6S$ )。
- B.1.29 L-天冬氨酸( $C_4H_7NO_4$ )。
- B.1.30 L-色氨酸( $C_{11}H_{12}N_2O_2$ )。
- B.1.31 L-盐酸半胱氨酸( $C_3H_7NO_2S \cdot HCl$ )。
- B.1.32 无水葡萄糖( $C_6H_{12}O_6$ )。
- B.1.33 溴麝香草酚蓝( $C_{27}H_{28}Br_2O_5S$ )溶液:按 4.35 配制。
- B.1.34 溴酚蓝( $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$ )溶液:0.1 g/100 mL,无水乙醇(B.1.1)配制。此指示剂变色终点为草绿色(pH 3.5)。
- B.1.35 酪蛋白液:可按下列任一种方法制备。

**B. 1. 35. 1 酶解酪蛋白液:**称取 60 g 不含维生素的酪蛋白(B. 1. 2)至 1 L 烧杯中,慢慢加入 1 L 碳酸氢钠溶液(B. 1. 4),以防止结块,用 10 mol/L 氢氧化钠溶液(B. 1. 7)调节 pH 值至 8.0。加入 300 mg 胰酶(B. 1. 8),搅拌 20 min,使胰酶充分混匀。加入 2.5 mL 甲苯(B. 1. 9),置 37 °C ± 1 °C 恒温培养箱中酶解 48 h ~ 72 h。从恒温培养箱中取出酪蛋白酶解液,于 121 °C 高压 30 min 以终止反应,冷却至室温。加入 10 g 硅藻土(B. 1. 10),搅拌均匀,用布氏漏斗过滤,滤液用约 60 mL 冰乙酸(B. 1. 11)调节 pH 值至 3.7。称取 12 g 活性炭(B. 1. 13),加入滤液中准确搅拌 10 min,用铺有 10 g 硅藻土的布氏漏斗过滤,滤液从“称取 12 g 活性炭……”开始重复操作两次。最终滤液用水稀释至 1 200 mL。取 10 mL 酶解酪蛋白液于平皿中 150 °C 烘干至恒重,如固体含量 < 40 mg/mL,则弃除酪蛋白液,重新制备。制备好的酪蛋白液加 1 mL ~ 3 mL 甲苯(B. 1. 9),2 °C ~ 4 °C 冰箱冷藏保存一年。

**B. 1. 35. 2 酸解酪蛋白液:**称取 50 g 不含维生素的酪蛋白(B. 1. 2)于 500 mL 烧杯中,加 200 mL 盐酸溶液(B. 1. 6),于 121 °C 高压水解 6 h。将水解物转移至蒸发皿内,在沸水浴上蒸发至膏状。加 200 mL 水使之溶解后再蒸发至膏状,如此反复三次,以除去盐酸。以溴酚蓝(B. 1. 34)作外指示剂,用 10 mol/L 氢氧化钠(B. 1. 7)调节 pH 值至指示剂颜色转为草绿色(pH 3.5)。加 20 g 活性炭(B. 1. 13),振摇约 20 min,过滤。重复活性炭处理直至滤液呈淡黄色或无色。滤液加水稀释至 1 000 mL,加 1 mL ~ 3 mL 甲苯,置 2 °C ~ 4 °C 冰箱中保存一年。

注:每次蒸发时不可蒸干或焦糊,以避免所含营养素破坏。

**B. 1. 36 腺嘌呤-鸟嘌呤-尿嘧啶溶液。**分别称取硫酸腺嘌呤(B. 1. 14)、盐酸鸟嘌呤(B. 1. 15)以及尿嘧啶(B. 1. 16)各 0.1 g 于 250 mL 烧杯中,加 75 mL 水和 2 mL 盐酸(B. 1. 5),加热使其完全溶解后冷却。若有沉淀产生,再加盐酸数滴,加热,如此反复直至冷却后无沉淀产生为止,加水至 100 mL。加 3 滴 ~ 5 滴甲苯,贮存于棕色试剂瓶中,置 2 °C ~ 4 °C 于冰箱中可保存一年。

**B. 1. 37 黄嘌呤( $C_5H_4N_4O_2$ )溶液:**称取 0.4 g 黄嘌呤(B. 1. 17),加 10 mL 氨水(B. 1. 18),加热溶解,加水至 100 mL。加 3 滴 ~ 5 滴甲苯,贮存于棕色试剂瓶中,2 °C ~ 4 °C 冰箱保存一年。

**B. 1. 38 乙酸缓冲液(1.6 mol/L, pH 4.5):**称取 63 g 三水合乙酸钠(B. 1. 19),用 200 mL 水溶解,加大约 20 mL 冰乙酸(B. 1. 11),调节 pH 至 4.5,混合后,用水稀释至 500 mL。

**B. 1. 39 维生素液:**称取 100 mg 核黄素(B. 1. 20)用 400 mL 乙酸缓冲液(B. 1. 38)溶解。取 25 mg 碳酸氢钠(B. 1. 3)溶解于 500 mL 水中,加入 2 mg 生物素(B. 1. 21)、200 mg 对氨基苯甲酸(B. 1. 22)、400 mg 盐酸吡哆醇(B. 1. 23)、40 mg 盐酸硫胺素(B. 1. 24)、80 mg 泛酸钙(B. 1. 25)、80 mg 尼克酸(B. 1. 26)溶解。将上述溶液混合,加水至 1 000 mL。加入 3 滴 ~ 5 滴甲苯,贮存于棕色试剂瓶中,2 °C ~ 4 °C 冰箱保存一年。

**B. 1. 40 聚山梨酯-80(吐温-80)溶液:**将 10 g 聚山梨酯-80(B. 1. 27)溶于无水乙醇(B. 1. 1)中并稀释至 100 mL,2 °C ~ 4 °C 冰箱保存。

**B. 1. 41 还原型谷胱甘肽( $C_{10}H_{17}N_3O_6S$ )溶液:**称取 0.1 g 还原型谷胱甘肽(B. 1. 28),加 100 mL 水溶解,贮于棕色瓶中,2 °C ~ 4 °C 冰箱保存。

**B. 1. 42 甲盐溶液:**按 4.33 配制。

**B. 1. 43 乙盐溶液:**按 4.34 配制。

## B. 2 基础培养液

配制 250 mL 基础培养液,按表 B. 1 吸取液体试剂,混合后加水 150 mL,依次加入固体试剂,煮沸搅拌 2 min。以溴麝香草酚蓝为外指示剂,用 1 mol/L 氢氧化钠溶液调节基础培养液 pH 值,直至指示剂变为草绿色(pH 6.8);如果指示剂变蓝说明加入的氢氧化钠溶液过量,以 1 mol/L 盐酸溶液回调 pH 值至 6.8。加入乙盐溶液 5 mL,用磷酸缓冲液(4.23)补至 250 mL。2 °C ~ 4 °C 冰箱内可保存 7 d。配制时可根据基础培养液用量按比例增减。

表 B.1 叶酸测定用基础培养液配制一览表

| 试 剂              |               | 用 量     | 试 剂              |          | 用 量    |
|------------------|---------------|---------|------------------|----------|--------|
| 液<br>体<br>试<br>剂 | 酪蛋白液          | 50 mL   | 固<br>体<br>试<br>剂 | L-天冬氨酸   | 0.15 g |
|                  | 腺嘌呤-鸟嘌呤-尿嘧啶溶液 | 5.0 mL  |                  | L-盐酸半胱氨酸 | 0.10 g |
|                  | 黄嘌呤溶液         | 1.25 mL |                  | L-色氨酸    | 0.10 g |
|                  | 维生素液 I        | 2.5 mL  |                  | 无水葡萄糖    | 10 g   |
|                  | 聚山梨酯-80 溶液    | 0.25 mL |                  | 三水合乙酸钠   | 10 g   |
|                  | 甲盐溶液          | 5.0 mL  |                  |          |        |
|                  | 还原型谷胱甘肽溶液     | 1.25 mL |                  |          |        |


**美析仪器**  
 MACY INSTRUMENT  
**专业光度计系列生产厂家**  
 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

食品中叶酸的测定

GB/T 5009.211—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

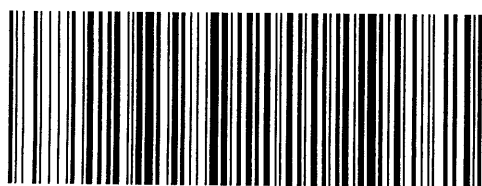
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 16 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36048 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.211—2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.212—2008

## 贝类中腹泻性贝类毒素的测定

Determination of diarrhetic shellfish poison in shellfish

MACY 美加仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-11-21 发布

2009-03-01 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

本标准修改采用日本厚生省环乳第 37 号通知《腹泻性贝类毒素检验方法》。

本标准与日本厚生省方法相比主要差异为：

- 增加了“规范性引用文件”、“术语和定义”；
- 增加了“仪器和设备”；
- 对“试样保存与制备”、“试剂和材料”进行了修改；
- 在“结果判断及表述”规范了结果表述方式。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中华人民共和国云南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：曹际娟、王秋艳、于杰、于兵、黄大亮、孙哲平、宋惠君、郑惠芳、丁健、薛忠良、徐维加、郑秋月。

 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 贝类中腹泻性贝类毒素的测定

### 1 范围

本标准规定了贝类及其制品中腹泻性贝类毒素的测定方法。

本标准适用于贝类及其制品中腹泻性贝类毒素的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB 14925 实验动物 环境及设施

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

**腹泻性贝类毒素 diarrhetic shellfish poison;DSP**

以大田软海绵酸(okadaic acid,OA)及其衍生物为代表、摄食后可产生以腹泻为主要特征的存在于贝类体内的海洋生物毒性物质的总称。

#### 3.2

**鼠单位 mouse unit;MU**

对体重为 16 g~20 g 的三只雄性 ICR 小鼠腹腔各注射 1 mL 贝类毒素提取液后,使两只或三只小鼠在 24 h 内死亡的最低毒素量定义为一个鼠单位。

### 4 原理

用丙酮提取贝类中 DSP 毒素,经乙醚分配后,经减压蒸干,再以含 1%吐温-60 的生理盐水为分散介质,制备 DSP-1%吐温-60 生理盐水混悬液,将该混悬液注射入小鼠腹腔,观察小鼠存活情况,计算其毒力。

### 5 试剂和材料

除非另有规定,本标准所用试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 丙酮( $C_3H_6O$ )。

5.2 无水乙醚( $C_4H_{10}O$ )。

5.3 1%吐温-60 的生理盐水:称取 1.0 g 吐温-60 ( $C_{64}H_{128}O_{25}$ ),溶于生理盐水(0.85%氯化钠)中,并定容至 100.0 mL。

### 6 仪器和设备

6.1 旋转蒸发器。

6.2 圆底烧瓶:500 mL、250 mL、100 mL、50 mL。

6.3 均质器。

- 6.4 布氏漏斗。
- 6.5 天平:感量 0.1 g。
- 6.6 带塞刻度试管:15 mL,具 0.2 mL 刻度。
- 6.7 分液漏斗。
- 6.8 冰箱。
- 6.9 一次性注射器:1 mL。
- 6.10 小白鼠:体重为 16 g~20 g 的健康 ICR 品系雄性小鼠。

## 7 试样保存和制备

### 7.1 样品的保存

- 7.1.1 样品应有充分的代表性。去壳贝肉、带壳贝类或罐装贝类样品等,均应采取足够的数量并使贝肉达 400 g 以上。
- 7.1.2 不能及时送检的样品,除可常温保存的样品外,应将样品置于合成树脂袋内冷冻送检。如为带壳样品,应按 7.2 的方法开壳,去除水分后冷冻送检。

### 7.2 样品的制备

#### 7.2.1 生鲜带壳样品的前处理

用清水彻底洗净贝类外壳,切断闭壳肌,开壳,用清水淋洗内部去除泥沙及其他异物,取出贝肉。严禁以加热或药物方法开壳。注意不要破坏闭壳肌以外的组织,尤其是中肠腺(又称消化盲囊,组织呈暗绿色或褐绿色)。

将去壳贝肉放在孔径约 2 mm 的金属筛网上,沥水 5 min,按 7.2.3 制备检样。

#### 7.2.2 冷冻样品的前处理

在室温下使冷冻样品融化呈半冷冻状态。带壳冷冻的样品按 7.2.1 方法清洗、开壳、淋洗取肉,此时的贝肉仍呈冷冻状态,除去贝肉外部附着的冰片,用吸水纸轻轻抹去水分后,按 7.2.3 制备检样;事先已去除水分的冷冻去壳样品,室温融化后,按 7.2.3 制备检样。

#### 7.2.3 检样制备

对于可以切取中肠腺的贝类(扇贝、贻贝及牡蛎等),称量 200 g 贝肉后,仔细切取全部中肠腺,将中肠腺称重后作为检样备用,注意不要使中肠腺内容物污染制样工具;不便切取中肠腺的贝类样品,称量 200 g 贝肉后,可将全部贝肉细切后混合,作为检样。

## 8 检验步骤

### 8.1 试样提取

- 8.1.1 将检样置于均质杯中,加三倍量丙酮后均质 2 min 以上。如为小均质杯,可分两次操作。
- 8.1.2 将均质好的物质倒入布氏漏斗中抽滤,收集滤液。
- 8.1.3 对残渣分别用残渣两倍量的丙酮再清洗两次,滤液与 8.1.2 滤液合并。
- 8.1.4 将滤液移入 500 mL 的圆底烧瓶中,56 °C±1 °C 下,减压浓缩去除丙酮直至在液体表面分离出油状物。
- 8.1.5 用 100 mL~200 mL 乙醚溶解油状物,倒入分液漏斗内,再用少量的乙醚清洗圆底烧瓶,合并倒入分液漏斗内,以少量的水洗下粘壁部分,轻轻振荡(不能生成乳浊液),静置分层后去除水层(下层)。
- 8.1.6 用相当乙醚半量的蒸馏水洗乙醚层两次,再将乙醚层移入 250 mL 或 500 mL 的圆底烧瓶中,于 35 °C±1 °C 减压浓缩去除乙醚。
- 8.1.7 用少量乙醚将浓缩物移入 50 mL 或 100 mL 圆底烧瓶中,再次减压浓缩去除乙醚。
- 8.1.8 以 1%吐温-60 的生理盐水将全部浓缩物在刻度试管中稀释到 10 mL,充分振摇,制成均匀 DSP-1%吐温-60 生理盐水混悬液。此时 1 mL 溶液中相当于含有 20 g 贝肉,以此悬浮液作为试验原液

进行动物实验。

8.1.9 以试验原液注射小鼠,24 h 内两只或三只小鼠死亡时,需将试验原液进一步稀释,再注射小鼠。稀释前,应先振荡使试液成均匀悬浮液,再取其部分以 1%吐温-60 生理盐水稀释。

8.2 小白鼠试验

8.2.1 选择 16 g~20 g 健康 ICR 雄性小鼠六只,随机分为实验组和空白对照组(1%吐温-60 生理盐水)两组,每组三只。

8.2.2 待测液(试验原液或其稀释液)混匀后。分别取 1 mL 待测液或 1%吐温-60 生理盐水腹腔注射动物。注射过程中若有一滴以上提取液溢出,须将该只小鼠丢弃,并重新注射一只小鼠。记录注射完毕至小鼠停止呼吸死亡的时间,未死亡的应连续观察 24 h。

8.2.3 观察时限 24 h 内,在空白对照组小鼠正常的情况下,实验组若出现两只或三只小鼠死亡,则应按表 1 进行最小染毒量动物实验或最大稀释度实验。

表 1 注射量与毒力的关系

| 试验液     | 注射量/mL | 检样量 <sup>a</sup> /g | 毒力/(MU/g) |
|---------|--------|---------------------|-----------|
| 原液      | 1.0    | 20                  | 0.05      |
| 原液      | 0.5    | 10                  | 0.1       |
| 4 倍稀释液  | 1.0    | 5                   | 0.2       |
| 4 倍稀释液  | 0.5    | 2.5                 | 0.4       |
| 16 倍稀释液 | 1.0    | 1.25                | 0.8       |
| 16 倍稀释液 | 0.5    | 0.625               | 1.6       |

<sup>a</sup> 以中肠腺为检样时,相当于含有中肠腺的去壳肉量。

8.2.4 注意事项:腹泻性贝类毒素是一类剧毒的混合物,为避免腹泻性贝类毒素对健康的危害,实验过程自始至终应戴手套操作。橡胶手套、玻璃制品等用过的器材应在 5%的次氯酸钠溶液中浸泡 1 h 以上,方可清洗或丢弃。同样,废弃的提取液等也应以上述溶液浸泡后处理。小鼠尸体应按 GB 14925 要求焚烧处理,其排放物应达到污物焚烧排放规定要求。

9 结果计算和表述

9.1 观察时限 24 h 内,在空白对照组小鼠正常的情况下,若实验组无小鼠死亡或仅有一只小鼠死亡,则报告受检样品中 DSP 毒力为: <0.05 MU/g。

9.2 观察时限 24 h 内,在空白对照组小鼠正常的情况下,若实验组有两只或三只小鼠死亡,则按 8.2.3 进行动物实验,并根据表 1 计算待检样品中 DSP 毒力,报告该样品的毒力为: ××× MU/g。



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
贝类中腹泻性贝类毒素的测定

GB/T 5009.212—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字

2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36038 定价 10.00 元

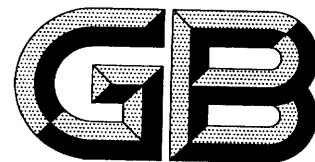
如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.212-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.213—2008

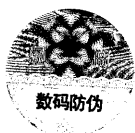
## 贝类中麻痹性贝类毒素的测定

Determination of paralytic shellfish poison in shellfish

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-11-21 发布

2009-03-01 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



中华人民共和国  
国家标准  
贝类中麻痹性贝类毒素的测定  
GB/T 5009.213—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066 · 1-36039 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

## 前 言

本标准修改采用国际分析家协会(AOAC)官方方法 AOAC 958.08《麻痹性贝类毒素生物检测法》(Paralytic shellfish poison biological method)。

本标准与 AOAC 方法相比主要差异为：

- 增加了“规范性引用文件”、“术语和定义”；
- 增加了“仪器和设备”；
- 对“试样制备与保存”、“试剂和材料”进行了修改；
- 在“结果判断及表述”中增加了鼠单位毒力表示方法。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中华人民共和国云南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：曹际娟、王秋艳、麻丽丹、高世光、于兵、孙哲平、于杰、黄大亮、郑惠芳、李天顺、赵昕、郑秋月。

## 贝类中麻痹性贝类毒素的测定

### 1 范围

本标准规定了贝类及其制品中麻痹性贝类毒素的测定方法。

本标准适用于贝类及其制品中麻痹性贝类毒素的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 14925 实验动物 环境及设施

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

麻痹性贝类毒素 paralytic shellfish poison; PSP

以石房蛤毒素(saxitoxin, STX)为代表,摄食后可产生麻痹作用的存在于贝类体内的海洋生物毒性物质的总称。

#### 3.2

鼠单位 mouse unit; MU

对体重为 20 g 的 ICR 雄性小鼠腹腔注射 1 mL 麻痹性贝类毒素提取液,使其在 15 min 内死亡所需的最小毒素量。

### 4 原理

本标准采用鼠单位法对 PSP 予以定量。以石房蛤毒素作为标准,将鼠单位换算成毒素的微克数。根据小鼠注射贝类提取液后的死亡时间,查出鼠单位,并按小鼠体重,校正鼠单位(corrected mouse unit, CMU),计算确定每 100 g 贝肉内的 PSP 微克数。所测定结果代表存在于贝肉内各种化学结构的 PSP 毒素总量。

### 5 试剂和材料

除非另有规定,本标准所用试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 盐酸溶液(0.18 mol/L):将 15 mL 浓盐酸(HCl)用蒸馏水稀释至 1 L。

5.2 盐酸溶液(5 mol/L):将 41.7 mL 浓盐酸用蒸馏水稀释至 100 mL。

5.3 氢氧化钠溶液(0.1 mol/L):将 4.0 g 氢氧化钠(NaOH)溶于 1 L 蒸馏水中。

5.4 石房蛤毒素(saxitoxin,  $C_{10}H_{17}N_7O_4 \cdot 2HCl$ )标准溶液(100  $\mu g/mL$ ):用蒸馏水配制 20%(体积分数)的乙醇溶液,用 5 mol/L 盐酸调节 pH 到 2.0~4.0 之间,用上述溶液配制石房蛤毒素。

5.5 小鼠:体重为 19 g~21 g 的健康 ICR 系雄性小鼠,可通过查表 B.1 得到小鼠体重校正系数。

5.6 蒸馏水(pH 3.0):用盐酸调 pH 至 3.0。

## 6 仪器和设备

- 6.1 均质器。
- 6.2 电炉。
- 6.3 天平:感量 0.1 g, 0.000 01 g。
- 6.4 离心机。
- 6.5 pH 计或 pH 试纸。
- 6.6 秒表。
- 6.7 玻璃器皿:烧杯、量筒、容量瓶、移液管、搅拌棒等。
- 6.8 一次性注射器:1 mL。
- 6.9 冰箱。

## 7 试样制备和保存

### 7.1 试样制备

分析样品要有充分的代表性,应从足量(一般应 2 kg 以上)的混合样品中挑选良好的贝类去壳,用于分析的去壳肉量应达 200 g 以上。

不能及时送检的新鲜贝类,按 7.1.1 或 7.1.2 方法将贝肉分离,将沥水后的 200 g 贝肉放入 0.18 mol/L、200 mL 的盐酸溶液中,置 4℃ 冷藏保存,备检。

#### 7.1.1 牡蛎、蛤及贻贝

用清水将贝壳外表彻底洗净,切断闭壳肌,开壳,用蒸馏水淋洗内部去除泥沙及其他异物。将闭壳肌和连接在胶合部的组织分开,仔细取出贝肉,切勿割破贝体。严禁加热或用麻醉剂开壳。收集约 200 g 肉分散置于筛子中沥水 5 min(不要使肉堆积),检出碎壳等杂物,将贝肉粉碎备用。

#### 7.1.2 扇贝

取可食部分用作检测,过程同 7.1.1。

#### 7.1.3 冷冻贝类

在室温下,使冷冻的样品(带壳或脱壳的)自然融化,按 7.1.1 方法开壳、淋洗、取肉、粉碎、备用。

#### 7.1.4 贝类罐头

将罐内所有内容物(肉及液体)倒入均质器中充分均质。如果是大罐,将贝肉沥水并收集沥下的液体分别称重并存放固形物和汤汁,将固形物和汤汁按原罐装比例混合,均质后备用。

#### 7.1.5 用酸保存的贝肉

沥去酸液,分别存放贝肉及酸液,备用。

#### 7.1.6 贝肉干制品

干制品可于等体积 0.18 mol/L 盐酸溶液中浸泡 24 h~48 h(4℃ 冷藏),按 7.1.4 方法沥干,分别存放贝肉和酸液备用。

### 7.2 试样保存

送检样品应尽可能及时检验,如不能及时检测,可取 200 g 样品按 7.1 方法处理,加入 200 mL 0.18 mol/L 盐酸溶液,置 4℃ 冷藏保存。

## 8 检验步骤

### 8.1 PSP 标准品对照试验

#### 8.1.1 PSP 标准工作液的配制

用移液管取 1 mL 浓度为 100 µg/mL 的石房蛤毒素标准液于 100 mL 容量瓶中,加入蒸馏水(5.6)并定容,pH 在 2.0~4.0 之间。该溶液为 1 µg/mL 石房蛤毒素标准液,该标准液可在 3℃~4℃ 下稳定

数周。

用 10 mL、15 mL、20 mL、25 mL 和 30 mL 的蒸馏水(5.6)分别稀释 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的石房蛤毒素标准液 10 mL, 配制成系列浓度的标准稀释液。

#### 8.1.2 中位数死亡时间的标准液选择

取按 8.1.1 配制的系列浓度的标准稀释液各 1 mL, 腹腔注射小鼠数只, 选择中位数死亡时间为 5 min~7 min 的浓度剂量。如某浓度稀释液已达到要求, 还需以 1 mL 蒸馏水(5.6)的增减量进行补充稀释试验。例如: 用 25 mL 蒸馏水(5.6)稀释的 10 mL 标准液在 5 min~7 min 杀死小鼠, 还需进行 24 mL+10 mL 和 26 mL+10 mL 稀释度的试验。

每只小鼠试验前称重, 以 10 只小鼠为一组, 用中位数死亡时间在 5 min~7 min 范围内的两个浓度含量的标准稀释液注射小鼠, 测定并记录每只小鼠腹腔注射完毕至停止呼吸的所需死亡时间。

#### 8.1.3 毒素转换系数(conversion factor, CF)的计算

##### 8.1.3.1 小鼠中位数死亡时间的选择

计算所选择浓度的标准稀释液受试组中位数死亡时间。弃去中位数死亡时间小于 5 min 或大于 7 min 的受试组; 选择中位数死亡时间在 5 min~7 min 的受试组, 该受试组中可有个别小鼠的死亡时间小于 5 min 或大于 7 min。

##### 8.1.3.2 校正鼠单位(CMU)的计算

对于所选定的中位数死亡时间为 5 min~7 min 的受试组, 根据附录 A 查得组中每只小鼠死亡时间所对应的鼠单位(MU), 再根据附录 B 查得组中每只小鼠质量所对应的质量校正系数, 同一只小鼠的质量校正系数与鼠单位相乘得该只受试小鼠的校正鼠单位(CMU)。

##### 8.1.3.3 转换系数(CF)的计算

对于选定的受试组, 用该受试组所选稀释液每毫升实际毒素含量的微克数(以石房蛤毒素为例计算), 除以受试组中每只小鼠的 CMU 值, 得到单只小鼠的毒素转换系数(CF), 计算见式(1), 再计算每组 10 只小鼠的平均 CF 值, 即为组内毒素转换系数。

$$CF = \frac{c}{CMU} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

CF——转换系数;

c——每毫升 STX 实际毒素含量, 单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

CMU——校正鼠单位。

##### 8.1.3.4 组间毒素转换系数(CF)的计算

取不同受试组组内毒素转换系数的平均值, 即为组间毒素转换系数。以组间毒素转换系数进行 9.2 中检测样品的毒力计算。

##### 8.1.3.5 CF 值定期检查

如 PSP 检测间隔时间较长, 每次测定时要用适当的标准稀释液注射 5 只小鼠, 重新测定 CF 值。如果一周有几次检测, 则用中位数死亡时间 5 min~7 min 的标准稀释液每周检查一次, 测得的 CF 值应在原测定 CF 值的  $\pm 20\%$  范围内。若结果不符, 用同样的标准稀释液另外注射 5 只小鼠, 综合先前注射的 5 只小鼠结果, 算出 CF 值。并用同样的标准稀释液注射第二组 10 只小鼠, 将第二组求出的 CF 值和第一组的 CF 值进行平均, 即为一个新的 CF 值。

重复检查的 CF 值通常在原结果的  $\pm 20\%$  之内, 若经常发现有较大偏差, 在进行常规检测前应调查该方法中是否存在未控制或未意识到的可变因素。

## 8.2 试样提取

8.2.1 取 100 g 按 7.1.1、7.1.2、7.1.3 或 7.1.4 处理的样品于 800 mL 烧杯中, 加 0.18 mol/L 盐酸溶液 100 mL 充分搅拌, 均质, 调整 pH 在 2.0~4.0 范围内; 按 7.1.5 或 7.1.6 及 7.2 处理的样品, 取

100 g 贝肉,加入相应的酸液 100 mL,调 pH 为 2.0~4.0 后均质。必要时,可逐滴加入 5 mol/L 盐酸溶液或 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调整 pH,加碱时速度要慢,同时需不断搅拌,防止局部碱化破坏毒素。

8.2.2 将混合物加热,并文火煮沸 5 min,冷却至室温,将混合物移至量筒中并稀释至 200 mL,调节 pH 至 2.0~4.0(pH 值切勿>4.5)。

8.2.3 将混合物倒回烧杯,搅拌均匀,自然沉降至上清液呈半透明状,不堵塞注射针头即可,必要时将混合物或上清液以 3 000 r/min 离心 5 min,或用滤纸过滤。收集上清液备用。

### 8.3 小鼠试验

8.3.1 取 19.0 g~21.0 g 健康 ICR 雄性小鼠 6 只,称重并记录质量。随机分为实验组和空白对照组(0.18 mol/L 盐酸)两组,每组三只。

8.3.2 对每只试验小鼠腹腔注射 1 mL 提取液或空白对照液。注射过程中若有一滴以上提取液溢出,须将该只小鼠丢弃,并重新注射一只小鼠。

8.3.3 记录注射完毕时间,仔细观察并记录小鼠停止呼吸时的死亡时间(到小鼠呼出最后一口气止)。

8.3.4 若注射样品原液后,一只或两只小鼠的死亡时间大于 7 min,则需再注射至少三只小鼠以确定样品的毒力。

8.3.5 若小鼠的死亡时间小于 5 min,则要稀释样品提取液后,再注射另一组小鼠(三只),直至得到 5 min~7 min 的死亡时间;稀释提取液时,要逐滴加入 0.18 mol/L 盐酸溶液,调节 pH 至 2.0~4.0。

#### 8.3.6 注意事项:

为避免毒素的危害,应戴手套进行检验操作。移液管等用过的器材应在 5% 的次氯酸钠溶液中浸泡 1 h 以上,以使毒素分解。同样,废弃的提取液等也应以 5% 次氯酸溶液处理。小鼠尸体应按 GB 14925 要求焚烧处理,其排放物应达到污物焚烧排放规定的要求。

## 9 结果的计算与判断

### 9.1 待测样品校正鼠单位(CMU)的确定

根据待测样品的小鼠死亡时间,在附录 A 中查出相应的鼠单位数 MU;根据小鼠的质量,在附录 B 中查出其对应的质量校正系数。同一只小鼠的鼠单位与质量校正系数相乘,即得该只小鼠的 CMU。选取检测样品受试组中三只小鼠 CMU 的中位数,即为该样品受试组的中位数 CMU,以此值进行 9.2 的计算。

### 9.2 毒素毒力的计算与结果表述

#### 9.2.1 PSP 毒力的计算与结果表述

##### 9.2.1.1 PSP 毒力的计算

每 100 g 样品中 PSP 的含量按式(2)计算。

$$X = \text{CMU}_1 \times \text{CF} \times \text{DF} \times 200 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X——每 100 g 样品中 PSP 的含量,单位为微克每百克( $\mu\text{g}/100\text{g}$ );

$\text{CMU}_1$ ——检测样品受试组小鼠的中位数校正鼠单位;

CF——毒素转换系数;

DF——稀释倍数;

200——表示样品提取液定容的体积,单位为毫升(mL)(提示:8.2.2 操作中该定容体积为 200 mL)。

##### 9.2.1.2 PSP 毒力的结果表述

若空白对照组小鼠正常,则报告待测样品中 PSP 毒素含量为: $\times\times\times\mu\text{g}/100\text{g}$ 。

#### 9.2.2 MU 毒力的计算与结果判断

##### 9.2.2.1 MU 毒力的计算

对于取得麻痹性贝类毒素标准品有困难的实验室,可按式(3),使用鼠单位 MU 对检验结果进行计算。

$$Y = CMU_1 \times DF \times 200 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

Y——每 100 g 样品的 MU 值,单位为鼠单位每百克(MU /100 g);

CMU<sub>1</sub>——检测样品受试组小鼠的中位数校正鼠单位;

DF——稀释倍数;

200——表示样品提取液定容的体积,单位为毫升(mL)(提示:8.2.2 操作中该定容体积为 200 mL)。

注:检验结果的仲裁以 9.2.1 为准。

#### 9.2.2.2 MU 毒力的判断与结果表述

在空白对照组小鼠正常的情况下进行如下判断和表述:

若小鼠的死亡时间大于 60 min,则待测样品的鼠单位即相当小于 0.875 MU/g。

若实验组中位数死亡时间小于 5 min,则应对样品提取液进行稀释,再选取三只小鼠进行试验,直至得到中位数死亡时间为 5 min~7 min 为止,根据最后的稀释液实验结果计算样品的鼠单位毒力,报告该样品的鼠单位为:××× MU/100 g。

若实验组中位数死亡时间大于 7 min,则直接计算确定样品鼠单位毒力,报告该样品的鼠单位为:××× MU/100 g。

若实验组中所有小鼠在观察 15 min 内均不死亡,则也可报告该样品的鼠单位小于 400 MU/100 g。

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

附 录 A  
(规范性附录)

麻痹性贝类毒素死亡时间-鼠单位的关系

麻痹性贝类毒素死亡时间-鼠单位的关系见表 A.1。

表 A.1 麻痹性贝类毒素死亡时间-鼠单位的关系

| 时间    | 鼠单位/MU | 时间     | 鼠单位/MU |
|-------|--------|--------|--------|
| 1'00" | 100    | 4'20"  | 2.26   |
| 1'10" | 66.2   | 4'25"  | 2.21   |
| 1'15" | 38.3   | 4'30"  | 2.16   |
| 1'20" | 26.4   | 4'35"  | 2.12   |
| 1'25" | 20.7   | 4'40"  | 2.08   |
| 1'30" | 16.5   | 4'45"  | 2.04   |
| 1'35" | 13.9   | 4'50"  | 2.00   |
| 1'40" | 11.9   | 4'55"  | 1.96   |
| 1'45" | 10.4   | 5'00"  | 1.92   |
| 1'50" | 9.33   | 5'05"  | 1.89   |
| 1'55" | 8.42   | 5'10"  | 1.86   |
| 2'00" | 7.67   | 5'15"  | 1.83   |
| 2'05" | 7.04   | 5'20"  | 1.80   |
| 2'10" | 6.52   | 5'30"  | 1.74   |
| 2'15" | 6.06   | 5'40"  | 1.69   |
| 2'20" | 5.66   | 5'45"  | 1.67   |
| 2'25" | 5.32   | 5'50"  | 1.64   |
| 2'30" | 5.00   | 6'00"  | 1.60   |
| 2'35" | 4.73   | 6'15"  | 1.54   |
| 2'40" | 4.48   | 6'30"  | 1.48   |
| 2'45" | 4.26   | 6'45"  | 1.43   |
| 2'50" | 4.06   | 7'00"  | 1.39   |
| 2'55" | 3.88   | 7'15"  | 1.35   |
| 3'00" | 3.70   | 7'30"  | 1.31   |
| 3'05" | 3.57   | 7'45"  | 1.28   |
| 3'10" | 3.43   | 8'00"  | 1.25   |
| 3'15" | 3.31   | 8'15"  | 1.22   |
| 3'20" | 3.19   | 8'30"  | 1.20   |
| 3'25" | 3.08   | 8'45"  | 1.18   |
| 3'30" | 2.98   | 9'00"  | 1.16   |
| 3'35" | 2.88   | 9'30"  | 1.13   |
| 3'40" | 2.79   | 10'00" | 1.11   |
| 3'45" | 2.71   | 10'30" | 1.09   |
| 3'50" | 2.63   | 11'00" | 1.075  |
| 3'55" | 2.56   | 11'30" | 1.06   |
| 4'00" | 2.50   | 12'00" | 1.05   |
| 4'05" | 2.44   | 13'00" | 1.03   |
| 4'10" | 2.38   | 14'00" | 1.015  |
| 4'15" | 2.32   | 15'00" | 1.000  |

表 A.1 (续)

| 时间     | 鼠单位/MU | 时间     | 鼠单位/MU |
|--------|--------|--------|--------|
| 16'00" | 0.99   | 23'00" | 0.942  |
| 17'00" | 0.98   | 24'00" | 0.937  |
| 18'00" | 0.972  | 25'00" | 0.934  |
| 19'00" | 0.965  | 30'00" | 0.917  |
| 20'00" | 0.96   | 40'00" | 0.898  |
| 21'00" | 0.954  | 60'00" | 0.875  |
| 22'00" | 0.948  |        |        |

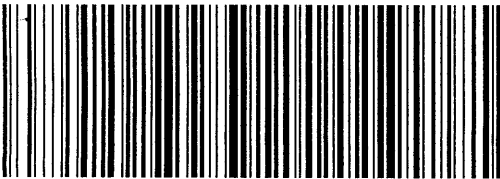

**美析仪器**  
 MACY INSTRUMENT  
**专业光度计系列生产厂家**  
 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

附 录 B  
(规范性附录)  
小鼠体重校正表

小鼠体重校正系数见表 B.1。

表 B.1 小鼠体重校正表

| 小鼠体重/g | 校正系数  |
|--------|-------|
| 10     | 0.50  |
| 10.5   | 0.53  |
| 11     | 0.56  |
| 11.5   | 0.59  |
| 12     | 0.62  |
| 12.5   | 0.65  |
| 13     | 0.675 |
| 13.5   | 0.70  |
| 14     | 0.73  |
| 14.5   | 0.76  |
| 15     | 0.785 |
| 15.5   | 0.81  |
| 16     | 0.84  |
| 16.5   | 0.86  |
| 17     | 0.88  |
| 17.5   | 0.905 |
| 18     | 0.93  |
| 18.5   | 0.95  |
| 19     | 0.97  |
| 19.5   | 0.985 |
| 20     | 1.000 |
| 20.5   | 1.015 |
| 21     | 1.03  |
| 21.5   | 1.04  |
| 22     | 1.05  |
| 22.5   | 1.06  |
| 23     | 1.07  |



GB/T 5009.213-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-36039

定价: 14.00 元



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.215—2008

## 食品中有机锡含量的测定

Determination of organotins in foods

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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





中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

食品中有机锡含量的测定

GB/T 5009.215—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字  
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36567

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

## 前 言

根据《中华人民共和国食品卫生法》制定本标准。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准负责起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、中国科学院生态环境研究中心。

本标准参加起草单位：中国检验检疫科学研究院、首都医科大学、烟台大学、福建省疾病预防控制中心、北京疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：吴永宁、赵云峰、江桂斌、赵孔祥、凌云、封锦芳、付武胜、李志军、邵兵。



## 食品中有机锡含量的测定

### 1 范围

本标准规定了气相色谱-脉冲火焰光度检测器检测食品中有机锡含量的方法。

本标准适用于鱼类、贝类、葡萄酒和酱油等样品中二甲基锡、三甲基锡、一丁基锡、二丁基锡、三丁基锡、一苯基锡、二苯基锡、三苯基锡的测定。

本标准测定食品样品的定量限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )为:二甲基锡 0.5、三甲基锡 1.2、一丁基锡 1.5、二丁基锡 0.5、三丁基锡 0.6、一苯基锡 1.7、二苯基锡 0.8、三苯基锡 0.8。方法的检测限及定量限与所使用仪器的灵敏度、取样量以及干扰水平等多种因素有关。

### 2 原理

本标准分别以一甲基锡为单取代有机锡的内标,三丙基锡为二、三取代有机锡的内标,采用内标法定量。在试样中定量加入一甲基锡和三丙基锡内标,超声辅助有机锡析出,有机溶剂萃取,提取后的样品溶液经凝胶渗透色谱净化、戊基格林试剂衍生、衍生化产物再经弗罗里硅土(Florisil)净化,采用气相色谱-脉冲火焰光度检测器(GC-PFPD)测定。

### 3 试剂

- 3.1 正己烷( $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ ):分析纯,重蒸。
- 3.2 四氢呋喃( $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2$ ):分析纯,重蒸。
- 3.3 乙酸乙酯( $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ ):分析纯,重蒸。
- 3.4 环己烷( $\text{C}_6\text{H}_{12}$ ):分析纯,重蒸。
- 3.5 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ):分析纯。
- 3.6 乙醚( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$ ):分析纯,重蒸。
- 3.7 溴代正戊烷( $n\text{-C}_5\text{H}_{12}\text{Br}$ ):分析纯,重蒸。
- 3.8 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ):将无水硫酸钠置干燥箱中,于  $120\text{ }^\circ\text{C}$  干燥 4 h,冷却后,密闭保存。
- 3.9 氯化钠( $\text{NaCl}$ ):分析纯。
- 3.10 浓硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ):优级纯。
- 3.11 浓盐酸( $\text{HCl}$ ):优级纯。
- 3.12 氢溴酸( $\text{HBr}$ ):分析纯。
- 3.13 乙二胺四乙酸钠( $\text{EDTANa}$ ):分析纯。
- 3.14 金属钠( $\text{Na}$ ):分析纯。
- 3.15 镁条( $\text{Mg}$ ):分析纯。
- 3.16 环庚三烯酚酮(tropolone):分析纯,98%。
- 3.17 0.03%环庚三烯酚酮-正己烷溶液:量取正己烷 100 mL,加入 0.03 g 环庚三烯酚酮混匀。
- 3.18 20%氯化钠溶液:称取氯化钠 100 g,加入去离子水 400 mL,摇匀。
- 3.19 饱和氯化钠溶液:在 100 mL 去离子水中加入过量氯化钠,水浴使溶解,恢复室温后要求有结晶析出。
- 3.20 甲醇-水(4+1)溶液:取甲醇适量,制备甲醇-水(4+1)溶液,并根据每 1 mL 甲醇加 1  $\mu\text{L}$  盐酸的要求,加入盐酸,制得含盐酸的甲醇-水(4+1)溶液。
- 3.21 弗罗里硅土(Florisil):60 目~100 目,  $120\text{ }^\circ\text{C}$  烘烤 12 h。

3.22 聚苯乙烯凝胶( bio-beads S-X3 ):100 目~200 目,或同类产品。

3.23 有机锡标准品及其标准溶液:见表 1。除二甲基锡纯度为 95%外,其他标准品纯度均大于 97%。

表 1 有机锡标准溶液的制备

| 组 分  |      | 储备溶液的浓度/( $\mu\text{g/L}$ ) |        | 中间溶液的浓度<br>(以 Sn 计)/(ng/L) | 工作溶液的浓度<br>(以 Sn 计)/(ng/L) |
|------|------|-----------------------------|--------|----------------------------|----------------------------|
| 中文名称 | 英文缩写 | 含有机锡                        | 以 Sn 计 |                            |                            |
| 三甲基锡 | TMT  | 4.071                       | 2.425  | 24.25                      | 1.00                       |
| 二甲基锡 | DMT  | 9.599                       | 5.186  | 51.86                      | 1.00                       |
| 三丁基锡 | TBT  | 29.108                      | 10.614 | 106.14                     | 1.00                       |
| 二丁基锡 | DBT  | 17.266                      | 6.745  | 67.45                      | 1.00                       |
| 一丁基锡 | MBT  | 71.048                      | 29.884 | 29.88                      | 1.00                       |
| 一苯基锡 | MPhT | 33.516                      | 13.165 | 13.16                      | 1.00                       |
| 二苯基锡 | DPhT | 19.208                      | 6.635  | 66.35                      | 1.00                       |
| 三苯基锡 | TPhT | 12.193                      | 1.502  | 15.02                      | 1.00                       |
| 一甲基锡 | MMT  | 11.438                      | 5.665  | 56.65                      | 1.00                       |
| 三丙基锡 | TPrT | 19.551                      | 8.188  | 81.88                      | 1.00                       |

3.24 内标:一甲基锡和三丙基锡,纯度大于 98%。

3.25 有机锡标准储备溶液:准确称取有机锡的标准品适量,置于 10 mL 容量瓶中,加入 3.20 溶液,并稀释至刻度,于  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  冰箱保存。

3.26 内标标准储备溶液:准确称取内标适量,置于 10 mL 容量瓶中,加入 3.20 溶液,并稀释至刻度,于  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  冰箱保存。

3.27 有机锡标准及内标中间溶液:量取有机锡标准或内标储备溶液适量,用 3.20 溶液稀释 100 倍,浓度见表 1,于  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  冰箱保存。

3.28 有机锡标准及内标工作溶液:量取有机锡标准或内标中间溶液适量,置于 10 mL 容量瓶中,加入 3.20 溶液,并稀释至刻度,浓度见表 1,于  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  冰箱保存。

#### 4 仪器

4.1 气相色谱仪(GC):配脉冲火焰光度检测器(PFPD),疏滤光片。

4.2 色谱柱:DB-1 毛细管柱或等效柱,30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ 。

4.3 组织匀浆器。

4.4 振荡器。

4.5 超声波清洗器。

4.6 旋转蒸发仪。

4.7 氮气浓缩器。

4.8 三口瓶、分液漏斗和加热回流装置。

4.9 加热磁力搅拌装置。

4.10 玻璃层析柱。

4.11 分析天平。

4.12 电加热套。

## 5 分析步骤

### 5.1 戊基格林试剂的合成

5.1.1 乙醚重蒸与除水:在 60℃下,采用全玻璃蒸馏装置重蒸两次。

在蒸馏的乙醚中,加入光洁金属钠片,至不再产生明显气泡后,放置 1 h~2 h,继续加入金属钠片,保存备用。

5.1.2 溴代正戊烷的重蒸:量取溴代正戊烷 100 mL,置于蒸馏瓶中,在 140℃下,采用全玻璃蒸馏装置重蒸两次,馏分避光收集。

5.1.3 镁屑的制备:取镁条,刮去表面氧化膜,用剪刀剪成约 0.3 mm 的碎屑。

5.1.4 戊基溴化镁合成:称取镁屑 10 g,置于 500 mL 三口瓶中,加入重蒸乙醚 100 mL,加入搅拌子。在搅拌下,滴加重蒸溴代正戊烷 60 mL 和重蒸乙醚 50 mL 的混合溶液。当反应发生后,停止搅拌。当反应速度减缓后,继续滴加上述溴代正戊烷和乙醚的混和溶液,并搅拌。调节滴加速度,使反应瓶中的乙醚保持微沸状态。当反应缓慢时,开始加热,保持反应发生,继续加热回流至反应完全,得到戊基溴化镁约 200 mL,溶液呈灰黑色混浊状态,浓度约为 2 mol/L。将合成的戊基溴化镁分装至棕色小瓶中,封口,干燥器内保存。

### 5.2 试样制备

鱼去皮及刺,制成肉糜;贝类试样取可食组织制成匀浆;葡萄酒和酱油试样混和均匀。鱼、贝类试样制成匀浆后,可采用冷冻干燥,制得冻干粉末,置-20℃以下低温保存。

### 5.3 试样提取

5.3.1 贝类试样:准确称取试样适量,加入 20%氯化钠溶液 5 mL,摇匀,加入内标工作溶液 50 μL,加入氢溴酸-四氢呋喃(1+20)15 mL,超声 5 min。

5.3.2 鱼类试样:准确称取试样适量,加入乙二胺四乙酸钠 0.15 g 和 20%氯化钠溶液 5 mL,摇匀,加入内标工作溶液 50 μL,加入氢溴酸-四氢呋喃(1+20)15 mL,超声 5 min。

如果为湿样,则加入饱和氯化钠溶液 1 mL,其他步骤同上。

5.3.3 葡萄酒等液体试样:量取试样 10 mL,加入氯化钠 2 g,摇匀,加入内标工作溶液 50 μL,加入氢溴酸-四氢呋喃(1+20)15 mL,超声 5 min。

5.3.4 在试样溶液中加入含 0.03%环庚三烯酚酮的正己烷 25 mL,振荡萃取 40 min,离心 10 min (3 000 r/min),静置分层,吸取有机相转移至茄形瓶中。在残渣中加入正己烷 10 mL,再振荡萃取 10 min,离心 10 min (3 000 r/min),静置分层,吸取有机相,合并至茄形瓶中,旋转蒸发浓缩至近干。

### 5.4 凝胶渗透色谱净化

5.4.1 凝胶柱的装填:取 bio-beads S-X3 凝胶,用四氢呋喃-乙酸乙酯(1+1)溶液浸泡过夜。用玻璃棉封堵内径为 1.7 cm~1.8 cm 的玻璃层析柱底端,湿法加入浸泡好的凝胶,凝胶自然沉降,稳定后柱长约为 15 cm。

5.4.2 净化:在试样提取液的浓缩残渣中加入四氢呋喃-乙酸乙酯(1+1)溶液 1 mL,将此溶液全部转移至层析柱上,用 1 mL 四氢呋喃-乙酸乙酯(1+1)溶液洗涤茄形瓶。待层析柱中试样溶液的液面降至接近凝胶时,将洗液转移至柱上。用四氢呋喃-乙酸乙酯(1+1)溶液洗脱,弃去 0 mL~18 mL 流分,收集 18 mL~33 mL 流分,收集流出体积 15 mL。

### 5.5 戊基溴化镁格林试剂衍生

将上述收集的净化溶液旋转蒸发浓缩至近干,加入环己烷 10 mL,继续旋转蒸发浓缩至约 1 mL,转移至 10 mL 离心管中,用环己烷洗涤茄形瓶,合并在离心管中,并定容至 2 mL。用 1 mL 注射器加取上述合成的戊基溴化镁格林试剂 0.8 mL,旋涡振摇混匀,超声反应 15 min 后,逐滴加入 0.5 mol/L 硫酸约 3 mL,振摇,终止衍生反应,旋涡振摇,静置使上层溶液澄清。

## 5.6 弗罗里硅土(Florisil)柱净化

5.6.1 层析柱装填:用玻璃棉封堵玻璃柱底端后,从底部到顶端依次装入活化弗罗里硅土(Florisil) 1.5 g、无水硫酸钠 2 g,用正己烷 10 mL 预淋洗。

5.6.2 净化:将上述衍生溶液的上层有机相全部转移至弗罗里硅土柱上,当柱中溶液的液面降至无水硫酸钠层时,用正己烷洗脱,收集洗脱液 5 mL,在氮气流下浓缩至约 1 mL 后,转移至另一根填以 1.5 g 弗罗里硅土(Florisil)和 2 g 无水硫酸钠的层析柱上,用正己烷-甲苯(5+1)溶液 10 mL 预淋洗,用正己烷-甲苯(5+1)溶液洗脱,收集 10 mL 流分。

## 5.7 浓缩

在氮气流下,将 5.6.2 净化的试样溶液浓缩至 1 mL,转移到进样小瓶中,待 GC 测定。

## 5.8 标准系列溶液的制备

准确称取空白基质适量,加入 5 mL 20%氯化钠溶液,分别加入有机锡混合标准工作溶液 0  $\mu$ L、10  $\mu$ L、30  $\mu$ L、50  $\mu$ L、100  $\mu$ L、200  $\mu$ L、400  $\mu$ L 及内标工作溶液 50  $\mu$ L,按试样提取与净化过程要求同步操作。

## 6 测定

### 6.1 气相色谱参考条件

6.1.1 色谱柱:DB-1 柱(或等效柱),柱长 30 m,膜厚 0.25  $\mu$ m,内径 0.25 mm。

6.1.2 采用不分流方式,进样口温度 280  $^{\circ}$ C。

6.1.3 柱温程序:开始温度为 50  $^{\circ}$ C,保持 1 min;以 10  $^{\circ}$ C/min 升温至 120  $^{\circ}$ C;5  $^{\circ}$ C/min 升温至 200  $^{\circ}$ C;10  $^{\circ}$ C/min 升温至 280  $^{\circ}$ C,保持 5 min。

6.1.4 载气为高纯氮气(纯度>99.999%)。

6.1.5 脉冲火焰光度检测器参考条件

6.1.5.1 模式:硫滤光片。

6.1.5.2 温度:350  $^{\circ}$ C。

6.1.5.3 燃气和助燃气流速:空气<sub>1</sub> 21 mL/min,氢气 22 mL/min,空气<sub>2</sub> 11 mL/min。

6.1.5.4 光电倍增管电压:550 V。

6.1.5.5 门槛时间:4 ms;门延迟时间:5 ms,激发电压 100 mV。

### 6.2 色谱分析

吸取标准溶液和试样溶液各 1  $\mu$ L 进样,记录色谱图(参见附录 A),以保留时间定性。

## 7 结果计算

计算目标化合物与内标的峰面积或峰高比,以标准系列溶液中目标有机锡的进样量(ng)与对应的目标有机锡与内标的峰面积或峰高比绘制线性曲线,根据线性曲线计算试样中有机锡含量,计算公式见式(1):

$$X = \frac{A \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中目标有机锡含量(以 Sn 计),单位为微克每千克( $\mu$ g/kg)或微克每升( $\mu$ g/L);

A——试样色谱峰与内标色谱峰的峰高比值对应的目标有机锡质量(以 Sn 计),单位为纳克(ng);

f——试样稀释因子;

m——试样的取样量,单位为克(g)或毫升(mL)。

计算结果保留三位有效数字。

## 8 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 20%，方法测定不确定度参见附录 B。



附录 A  
(资料性附录)  
色谱图

溶剂空白色谱图、混合标准溶液色谱图、实际试样(白蛤)色谱图分别见图 A.1、图 A.2、图 A.3。

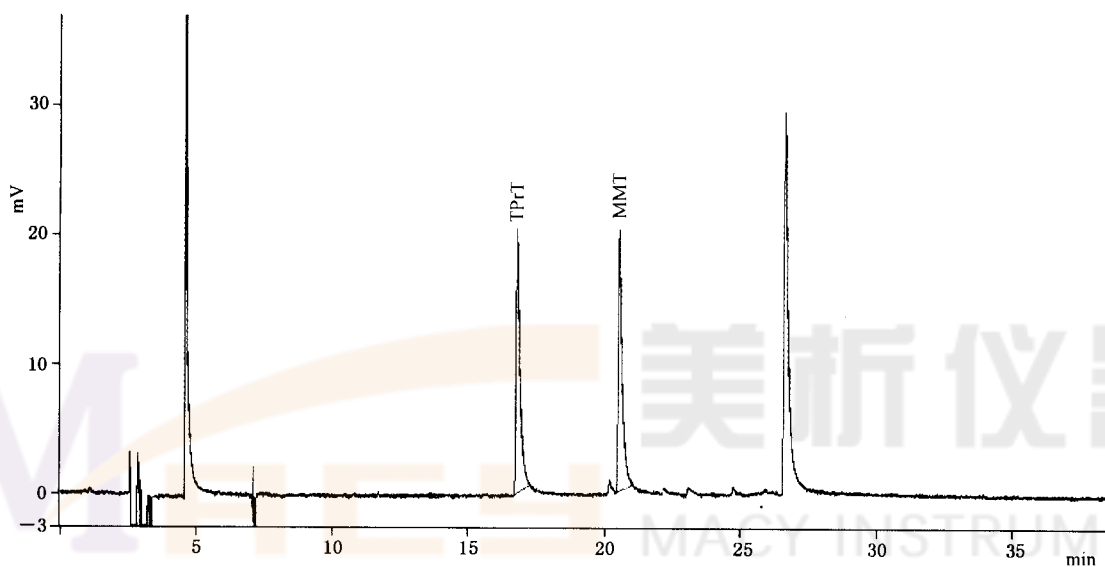
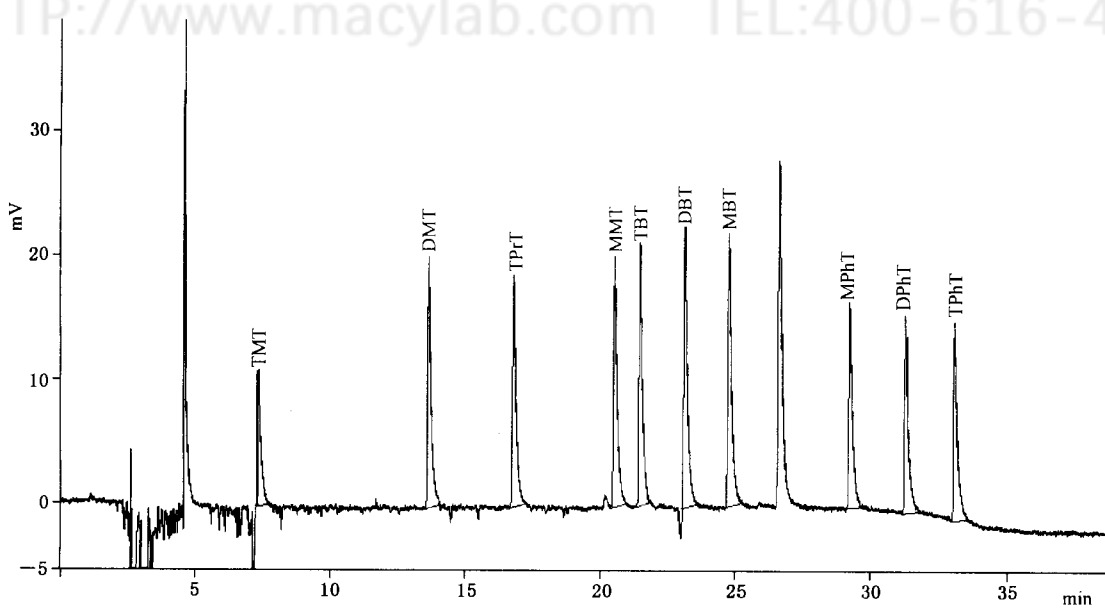


图 A.1 溶剂空白色谱图



注：各化合物浓度以 Sn 计，为 50  $\mu\text{g/L}$ 。

图 A.2 混合标准溶液的色谱图

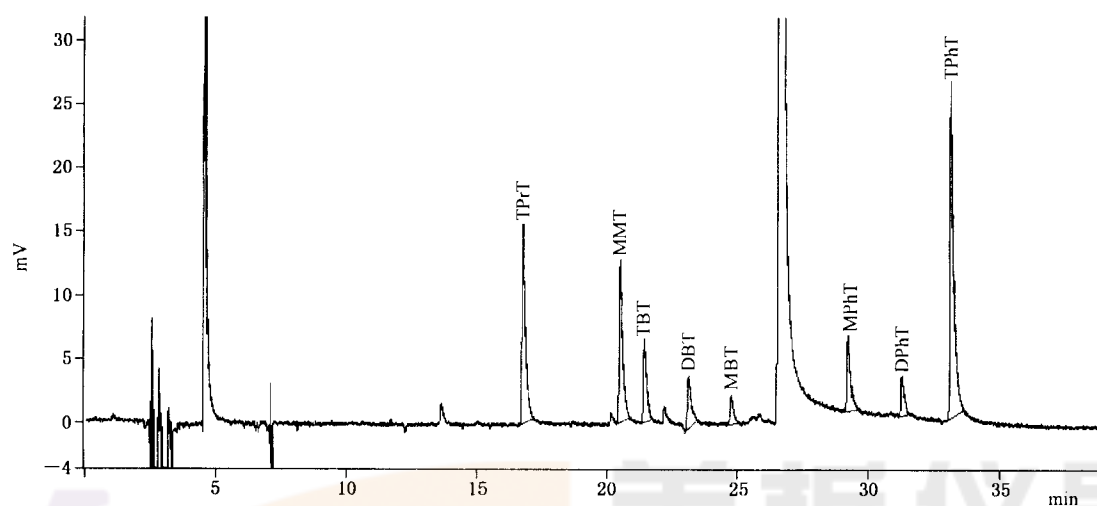


图 A.3 实际试样(白蛤)色谱图

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

附录 B  
(资料性附录)  
方法的不确定度

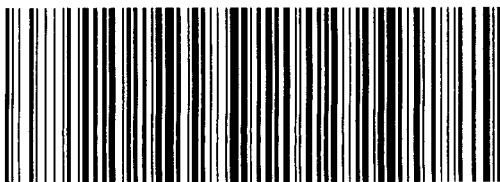
方法的不确定度见表 B.1。

表 B.1 以丁基锡为目标化合物,采用本方法测定的不确定度结果

| 组 分 | 量值/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) | 相对标准不确定度 | 扩展不确定度 |
|-----|--------------------------------|----------|--------|
| TBT | 1.0                            | 0.052    | 0.104  |
| DBT | 1.0                            | 0.063    | 0.126  |
| MBT | 1.0                            | 0.053    | 0.106  |



美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



GB/T 5009.215-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-36567



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.217—2008

## 保健食品中维生素 B<sub>12</sub> 的测定

Determination of vitamin B<sub>12</sub> in health foods

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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。

本标准起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准主要起草人：杨大进、鲁杰。



## 保健食品中维生素 B<sub>12</sub> 的测定

### 1 范围

本标准规定了保健食品中维生素 B<sub>12</sub> 的测定方法。

本标准适用于片剂、胶囊、粉剂、功能性饮料类型保健食品中维生素 B<sub>12</sub> 的测定。

本方法使用固相萃取法处理样品时,取样量为 2.0 g,方法的检出限为 1.0 μg/g。当应用免疫亲和法处理样品时,片剂、胶囊、粉剂取样量为 2.0 g,方法的检出限为 0.05 μg/g;功能性饮料取样量为 20 mL,方法的检出限为 3.0 μg/L。

### 2 原理

采用固相萃取法或免疫亲和色谱法对试样提取液中的维生素 B<sub>12</sub> 进行富集并去除部分杂质,高效液相色谱分析。

### 3 试剂

除非另有规定,本标准中所用试剂均为分析纯。实验用水均为实验室一级用水,电导率(25℃)为 0.01 mS/m。

3.1 乙腈(C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>N):色谱纯。

3.2 甲醇(CH<sub>4</sub>O):优级纯。

3.3 乙醇(C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O)。

3.4 四丁基氯化铵(C<sub>16</sub>H<sub>36</sub>NCl)。

3.5 5%四丁基氯化铵(C<sub>16</sub>H<sub>36</sub>NCl)溶液:称取 5.0g 四丁基氯化铵,加水溶解并稀释至 100 mL。

3.6 三氯甲烷(CHCl<sub>3</sub>)。

3.7 三氟乙酸(C<sub>2</sub>F<sub>3</sub>O<sub>2</sub>H)。

3.8 柠檬酸(C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)。

3.9 磷酸二氢钾(KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)。

3.10 氢氧化钠(NaOH)。

3.11 磷酸缓冲液(pH6.5):取磷酸二氢钾 0.68 g,加 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 15.2 mL,再用水稀释至 100 mL。

3.12 维生素 B<sub>12</sub> 标准品:纯度≥99%。

3.13 5%乙腈:量取 50 mL 乙腈,用水稀释定容至 1 000 mL。

3.14 25%乙腈:量取 250 mL 乙腈,用水稀释定容至 1 000 mL。

3.15 维生素 B<sub>12</sub> 标准储备液:称取维生素 B<sub>12</sub> 标准品 10 mg(精确至 0.1 mg),用 5%乙醇溶解,并定容至 10 mL 棕色容量瓶中,混匀,得到维生素 B<sub>12</sub> 的标准储备液。冷藏保存。

3.16 维生素 B<sub>12</sub> 标准中间液:吸取 1 mL 储备液至 25 mL 棕色容量瓶中,用水稀释得到维生素 B<sub>12</sub> 的标准中间液。冷藏保存。

3.17 维生素 B<sub>12</sub> 标准系列:分别吸取 0.05 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 的标准中间液于 10 mL 棕色容量瓶中,用水稀释得到维生素 B<sub>12</sub> 标准溶液系列。

### 4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪,附紫外检测器。

#### 4.2 超声波清洗器。

#### 4.3 离心机:4 000 r/min。

#### 4.4 固相萃取柱:*N*-乙基吡咯烷酮和二乙烯基苯亲水亲脂平衡型固相萃取柱(60 mg,3 mL)。

#### 4.5 免疫亲和净化柱:维生素 B<sub>12</sub>免疫亲和净化柱(EASI-EXTRACT® VITAMINE B<sub>12</sub>)<sup>1)</sup>。

### 5 分析步骤

#### 5.1 固相萃取法(前处理方法一)操作步骤

##### 5.1.1 试样处理

将 20 粒片剂、胶囊试样粉碎或混匀;粉剂试样取 5 包~10 包充分混匀。

##### 5.1.2 提取

称取试样 4 g~10 g(相当于含维生素 B<sub>12</sub> 4 μg 左右,精确至 0.001 g)于 50 mL 离心管中,加 10 mL~15 mL 水,混匀,将其置于超声波清洗器中,超声提取约 10 min 后以 4 000 r/min 离心 5 min。用吸管吸取上清液置于另一个 50 mL 离心管中。对残渣按上述步骤每次加入约 10 mL 水,重复提取两次,合并提取液于 50 mL 离心管中。

##### 5.1.3 净化

向提取液中加入 5%四丁基氯化铵溶液 1 mL、三氯甲烷约 20 mL,使用涡旋混匀器充分混匀,于离心机中以 1 000 r/min 离心 3 min。将水层转入蒸发皿中,置水浴锅上加热蒸发至干。残渣用乙醇溶解,转移至离心管中,超声溶解,离心,吸取上清液于蒸发皿中。再重复提取两次,合并提取液于蒸发皿中。蒸干乙醇,试样用 5 mL 5%乙腈溶液定量转移到试管中,待上固相萃取柱。

##### 5.1.4 固相萃取

固相萃取柱先用 3 mL 甲醇进行活化,再用 3 mL 水对固相萃取柱进行平衡,速度为 1 滴/s。将上述处理过的适量试样加到固相萃取柱上。上样后,用 5 mL 5%乙腈溶液作为洗脱溶剂将干扰物质从固相萃取柱上淋洗下来,最后用 25%乙腈溶液将维生素 B<sub>12</sub> 洗脱下来,收集洗脱液 0.5 mL。

#### 5.2 免疫亲和法(前处理方法二)操作步骤

##### 5.2.1 试样处理

碳酸型功能性饮料:取 150 mL 样液于超声波中脱气 10 min,待用。

果粒或果汁型功能性饮料:用 1 mol/L 氢氧化钠调 pH 至 7.0,置离心机中以转速 4 000 r/min 离心 10 min,过滤,滤液待用。

片剂、胶囊、粉剂:取 20 粒片剂、胶囊试样粉碎或混匀。粉剂试样取 5 包~10 包充分混匀。

称取试样 10 g~50 g(相当于维生素 B<sub>12</sub> 的量为 25 μg~2 500 μg,精确至 0.001 g)于 250 mL 容量瓶中,加入 100 mL 水,振摇混匀,将其置于超声波清洗器中,超声提取约 15 min 后用水定容,稀释样品溶液的浓度到样品中维生素 B<sub>12</sub> 的含量为 25 μg/mL。如样品溶液的 pH 在 7.0 以上,用柠檬酸调节 pH 在 4.5~7.0 之间;如样品溶液的 pH 在 4.5 以下,则应用磷酸缓冲液代替水作为提取液并重复上面步骤。

##### 5.2.2 富集、净化

维生素 B<sub>12</sub> 免疫亲和净化柱先用 10 mL 水淋洗小柱中未键合的化合物,吸取 20 mL(5.2.1)提取液上样到净化柱上,再用 3 mL 甲醇洗脱维生素 B<sub>12</sub> 至蒸发皿中,整个过程速度约为 1 滴/s。于 60 ℃~70 ℃水浴中蒸干溶剂,用 1 mL 0.025%的三氟乙酸溶液溶解,溶液过 0.45 μm 水系滤膜,待高效液相色谱用。

#### 5.3 液相色谱参考分析条件

##### 5.3.1 色谱柱:C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm,5 μm) 反相色谱柱。

1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

5.3.2 流动相:采用梯度洗脱方式,见表1。

表1 流动相梯度洗脱表

| $t/\text{min}$ | A:0.025%三氟乙酸(pH=2.6) | B:乙腈 |
|----------------|----------------------|------|
| 0~3.5          | 100                  | 0    |
| 3.5~11         | 75                   | 25   |
| 11~19          | 65                   | 35   |
| 19~20          | 90                   | 10   |
| 20~30          | 100                  | 0    |

5.3.3 流速:1 mL/min。

5.3.4 检测波长:361 nm。

5.3.5 柱温:室温。

#### 5.4 测定

吸取 20  $\mu\text{L}$  标准溶液和试样溶液注入高效液相色谱仪中,以保留时间定性,用标准曲线法进行测定。

#### 6 结果计算

按式(1)计算试样中维生素  $\text{B}_{12}$  的含量。

$$X = \frac{A \times f}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——试样中维生素  $\text{B}_{12}$  的含量,单位为微克每克或微克每毫升( $\mu\text{g/g}$  或  $\mu\text{g/mL}$ );

$A$ ——从标准曲线上查得的含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$f$ ——试样稀释倍数;

$m$ ——试样的取样量,单位为克或毫升(g 或 mL)。

计算结果保留两位有效数字。

#### 7 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 20%。

#### 8 色谱图

维生素  $\text{B}_{12}$  标准色谱图见图1。

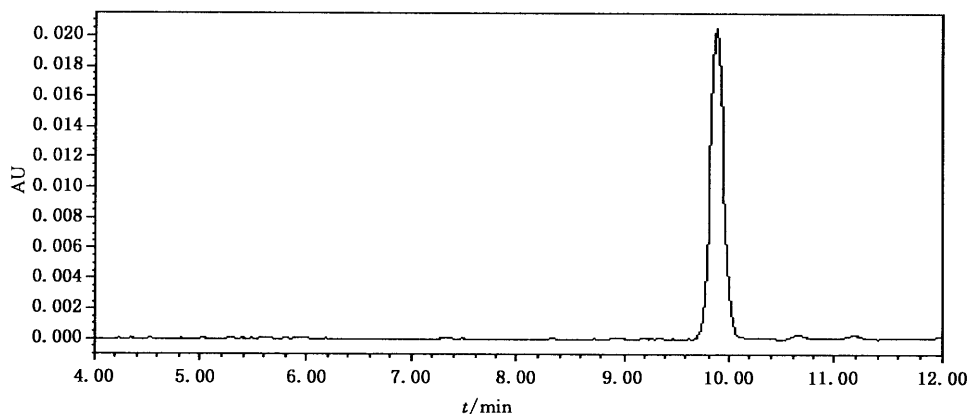


图1 维生素  $\text{B}_{12}$  标准色谱图



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
保健食品中维生素 B<sub>12</sub> 的测定

GB/T 5009.217—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

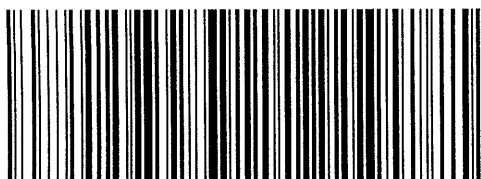
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066 · 1-36070 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.217-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.218—2008

## 水果和蔬菜中多种农药残留量的测定

Determination of multi pesticide residues in fruits and vegetables

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

## 目 次

|                                                                       |    |
|-----------------------------------------------------------------------|----|
| 前言 .....                                                              | Ⅲ  |
| 1 范围 .....                                                            | 1  |
| 2 水果和蔬菜中 211 种农药残留量的测定 .....                                          | 1  |
| 2.1 原理 .....                                                          | 1  |
| 2.2 试剂和材料 .....                                                       | 1  |
| 2.3 仪器和设备 .....                                                       | 1  |
| 2.4 试样制备与保存 .....                                                     | 2  |
| 2.5 测定步骤 .....                                                        | 2  |
| 2.6 结果计算 .....                                                        | 3  |
| 2.7 精密度 .....                                                         | 3  |
| 3 水果和蔬菜中 107 种农药残留量的测定 .....                                          | 4  |
| 3.1 原理 .....                                                          | 4  |
| 3.2 试剂和材料 .....                                                       | 4  |
| 3.3 仪器和设备 .....                                                       | 4  |
| 3.4 测定步骤 .....                                                        | 4  |
| 3.5 结果计算 .....                                                        | 5  |
| 3.6 回收率和精密度 .....                                                     | 6  |
| 附录 A (规范性附录) 水果和蔬菜中 211 种农药种类和分组及配制溶剂表 .....                          | 7  |
| 附录 B (规范性附录) 水果和蔬菜中 107 种农药种类及配制溶剂 .....                              | 14 |
| 附录 C (资料性附录) 水果和蔬菜中 211 种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收率范围、精密度范围及定量限 ..... | 16 |
| 附录 D (资料性附录) EI 选择离子方式初筛、鉴定水果和蔬菜中 107 种被测农药的鉴别离子及定量限 .....            | 27 |
| 附录 E (资料性附录) 水果和蔬菜中 211 种农药的选择监测离子时间设定参数表 .....                       | 31 |
| 附录 F (资料性附录) 水果和蔬菜中 211 种农药标准物气相色谱-质谱选择离子色谱图 .....                    | 34 |
| 附录 G (资料性附录) 水果和蔬菜中 107 种农药在色谱柱上的保留时间和比保留值 .....                      | 36 |
| 附录 H (资料性附录) 水果和蔬菜中 107 种农药在不同极性色谱柱上的总离子流图 .....                      | 40 |
| 附录 I (资料性附录) 水果和蔬菜中 107 种农药的 3 个浓度水平测得的回收率和精密度 .....                  | 41 |

## 前 言

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录,附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G、附录 H、附录 I 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准水果和蔬菜中 211 种农药残留量的测定由中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中华人民共和国山西出入境检验检疫局负责起草;水果和蔬菜中 107 种农药残留量的测定由中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局负责起草。

本标准水果和蔬菜中 211 种农药残留量的测定主要起草人:牟峻、王明泰、邹明强、许泓、吴剑、赵庆松、卫锋、傅英文、韩大川;水果和蔬菜中 107 种农药残留量的测定主要起草人:许泓、林安清、唐丹舟、牟峻、古珑、卫锋、邹明强、穆乃强。

 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 水果和蔬菜中多种农药残留量的测定

### 1 范围

本标准规定了水果和蔬菜中 211 种农药残留量的测定方法(见表 A.1 和表 A.2),以及水果和蔬菜中 107 种农药残留量的测定方法(见表 B.1)。

本标准适用于菠菜、大葱、番茄、柑橘、苹果中 211 种农药残留量的测定和苹果、梨、白菜、萝卜、藕、大葱、菠菜、洋葱中 107 种农药残留量的测定。

水果和蔬菜中 211 种农药残留量测定方法的定量限(LOQ)参见表 C.1 和表 C.2,水果和蔬菜中 107 种农药残留量测定方法的定量限(LOQ)参见表 D.1。

### 2 水果和蔬菜中 211 种农药残留量的测定

#### 2.1 原理

试样中用水-丙酮均质提取,经二氯甲烷液-液分配,以凝胶色谱柱净化,再经活性炭固相柱净化,洗脱液浓缩并溶解定容后,供气相色谱-质谱(GC-MS)测定和确证,外标法定量。

#### 2.2 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为二级水,电导率<sub>25℃</sub> ≤ 0.10 mS/m。

2.2.1 丙酮( $C_3H_6O$ ):残留级。

2.2.2 二氯甲烷( $CH_2Cl_2$ ):残留级。

2.2.3 乙酸乙酯( $C_4H_8O_2$ ):残留级。

2.2.4 环己烷(*Cyclo*- $C_6H_{14}$ ):残留级。

2.2.5 正己烷(*n*- $C_6H_{14}$ ):残留级。

2.2.6 甲醇( $CH_4O$ ):残留级。

2.2.7 苯( $C_6H_6$ ):残留级。

2.2.8 氯化钠( $NaCl$ ):优级纯。

2.2.9 无水硫酸钠( $Na_2SO_4$ ):650℃灼烧 4 h,贮于密封容器中备用。

2.2.10 氯化钠水溶液:20 g/L。

2.2.11 活性炭固相萃取柱(pesticarb):0.5 g,或相当者,使用前用 5 mL 正己烷预淋洗。

2.2.12 211 种农药标准品:纯度均 ≥ 93.5%,见表 A.1 和表 A.2。

#### 2.2.13 标准溶液

2.2.13.1 标准储备液:分别准确称取适量的每种农药标准品,用丙酮或相应溶剂(见表 A.1 和表 A.2)配制成浓度为 500 μg/mL~1 000 μg/mL 的标准储备液。该溶液可在 0℃~4℃冰箱中保存 12 个月。

2.2.13.2 标准中间工作液:根据农药的性质及其在色谱保留时间的不同,将 211 种农药分成 A、B 两组,分别准确移取一定体积的各农药标准储备液,可根据需要用丙酮稀释成适用浓度的 A 组混合标准中间工作液和 B 组混合标准中间工作液。该溶液可在 0℃~4℃冰箱中保存 6 个月。

2.2.13.3 混合标准工作液:准确移取一定体积的 A 组混合标准中间工作液和 B 组混合标准中间工作液,可根据需要用正己烷稀释成适用浓度的 A 组混合标准工作液和 B 组混合标准工作液。该溶液可在 0℃~4℃冰箱中保存 1 个月。

#### 2.3 仪器和设备

2.3.1 气相色谱-质谱仪:配有电子轰击源(EI)。

2.3.2 凝胶色谱仪:配有馏分收集器。

2.3.3 食品捣碎机。

2.3.4 均质器。

2.3.5 旋转蒸发器。

2.3.6 氮吹仪。

2.3.7 漩涡混合器。

2.3.8 无水硫酸钠柱:7.5 cm×1.5 cm(内径),内装 5 cm 高无水硫酸钠。

2.3.9 具塞锥形瓶:250 mL。

2.3.10 分液漏斗:250 mL。

2.3.11 浓缩瓶:50 mL、250 mL。

2.3.12 移液器:1 000  $\mu$ L、100  $\mu$ L、10  $\mu$ L。

## 2.4 试样制备与保存

### 2.4.1 试样制备

取水果或蔬菜样品 500 g,或去壳、去籽、去皮、去茎、去根、去冠(不可用水洗涤),将其可食用部分切碎后,依次用食品捣碎机将样品加工成浆状。混匀,均分成两份作为试样,分装入洁净的盛样袋内,密闭,标明标记。

### 2.4.2 试样保存

将试样于 0℃~4℃ 保存。

注:在抽样及制样的操作过程中,应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

## 2.5 测定步骤

### 2.5.1 提取

称取约 25 g(精确至 0.1 g)试样于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 20 mL 水,混摇后放置 1 h。然后加入 100 mL 丙酮,高速均质提取 3 min。将提取液抽滤于 250 mL 浓缩瓶中。残渣再用 50 mL 丙酮重复提取一次,合并滤液,于 40℃ 水浴中旋转浓缩至约 20 mL。将浓缩提取液转移至 250 mL 分液漏斗中。

在上述分液漏斗中,加入 100 mL 氯化钠水溶液和 100 mL 二氯甲烷,振摇 3 min,静置分层,收集二氯甲烷相。水相再用 2×50 mL 二氯甲烷重复提取两次,合并二氯甲烷相。经无水硫酸钠柱(2.3.8)脱水,收集于 250 mL 浓缩瓶中,于 40℃ 水浴中旋转浓缩至近干,加入 5 mL 乙酸乙酯-环己烷(1+1)以溶解残渣,并用 0.45  $\mu$ m 滤膜过滤,待净化。

### 2.5.2 净化

#### 2.5.2.1 凝胶色谱净化(GPC)

##### 2.5.2.1.1 凝胶色谱条件

- 净化柱:700 mm×25 mm, Bio Beads S-X3<sup>1)</sup>, 或相当者。
- 流动相:乙酸乙酯-环己烷(1+1)。
- 流速:5.0 mL/min。
- 样品定量环:5.0 mL。
- 预淋洗体积:50 mL。
- 洗脱体积:210 mL。
- 收集体积:105 mL~185 mL。

##### 2.5.2.1.2 凝胶色谱净化步骤

将 5 mL 待净化液按 2.5.2.1.1 规定的条件进行净化,合并馏分收集器中的收集液于 250 mL 浓缩

- 1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

瓶中,于40℃水浴中旋转浓缩至近干,加入2 mL正己烷以溶解残渣,待净化。

### 2.5.2.2 固相萃取净化(SPE)

将2 mL溶解液倾入已预淋洗后的活性炭固相萃取柱中,用30 mL乙酸乙酯-正己烷(2+3)进行洗脱。收集全部洗脱液于50 mL浓缩瓶中,于40℃水浴中旋转浓缩至干。用乙酸乙酯溶解并定容至2.0 mL,供气相色谱-质谱测定。

### 2.5.3 气相色谱-质谱测定

#### 2.5.3.1 气相色谱-质谱条件

- a) 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径),膜厚0.25 μm,DB-5 MS石英毛细管柱,或相当者。
- b) 色谱柱温度:50℃(2 min) $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 180℃(1 min) $\xrightarrow{3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 270℃(14 min)。
- c) 进样口温度:280℃。
- d) 色谱-质谱接口温度:280℃。
- e) 载气:氦气,纯度≥99.999%,1.2 mL/min。
- f) 进样量:1 μL。
- g) 进样方式:无分流进样,1.5 min后开阀。
- h) 电离方式:EI。
- i) 电离能量:70 eV。
- j) 测定方式:选择离子监测方式。
- k) 溶剂延迟:5 min。
- l) 选择监测离子(m/z):将211种农药分成A、B两组,每种农药分别选择1个定量离子,2个~3个定性(阳性确证)离子。两组选择监测离子时间设定参数参见表E.1和表E.2,每种农药的定量离子和定性离子参见表C.1和表C.2。

#### 2.5.3.2 定量测定

根据样液中被测农药含量,选定浓度相近的标准工作溶液。标准工作溶液和待测样液中农药的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对混合标准溶液与样液等体积分组分段参插进样测定。外标法定量。在上述气相色谱-质谱条件下,各标准物质的保留时间参见表C.1和表C.2,气相色谱-质谱选择离子色谱图参见图F.1和图F.2。

#### 2.5.3.3 定性测定

对混合标准溶液及样液按上述规定的条件进行测定时,如果样液与混合标准溶液的选择离子图中,在相同保留时间有峰出现,则根据定性选择离子的种类及其丰度比对其进行阳性确证。各种农药的选择离子的种类及其丰度比参见表C.1和表C.2。

### 2.6 结果计算

按式(1)计算试样中每种农药残留含量:

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V}{A_{is} \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $X_i$ ——试样中农药*i*残留量,单位为微克每克(μg/g);  
 $A_i$ ——样液中农药*i*的峰面积(或峰高);  
 $c_i$ ——标准工作液中农药*i*的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);  
 $V$ ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);  
 $A_{is}$ ——标准工作液中农药*i*的峰面积(或峰高);  
 $m$ ——最终样液代表的试样质量,单位为克(g)。

### 2.7 精密度

本方法对211种农药在0.1 mg/kg~5.0 mg/kg浓度水平,添加回收率和精密度参见表C.1和表C.2。

### 3 水果和蔬菜中 107 种农药残留量的测定

#### 3.1 原理

试样中农药用有机溶剂提取,再经液液分配除去干扰物质,用气相色谱-质谱仪测定,当被测组分不能满足分离条件时,更换不同极性色谱柱加以分离,内标法定量。

#### 3.2 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为二级水,电导率 $\leq 0.10 \text{ mS/m}$ 。

3.2.1 丙酮( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ):重蒸馏。

3.2.2 石油醚:30℃~60℃,重蒸馏。

3.2.3 正己烷( $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ ):重蒸馏。

3.2.4 苯( $\text{C}_6\text{H}_6$ )。

3.2.5 二氯甲烷( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ):重蒸馏。

3.2.6 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ )。

3.2.7 氯化钠( $\text{NaCl}$ )。

3.2.8 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ):在 550℃灼烧 4 h,置入干燥器中冷却,备用。

3.2.9 农药标准品:107 农药标准品纯度均 $\geq 91\%$ ,见表 B.1。

3.2.10 内标标准物质:内吸磷,纯度 $\geq 98\%$ ;乙基谷硫磷,纯度 $\geq 98\%$ 。

3.2.11 农药标准溶液:分别准确称取附录 B 中每种农药的标准品,见表 B.1 的溶剂选择,用丙酮、苯、二氯甲烷、甲醇或正己烷分别配制成浓度为 1 mg/mL 的标准储备液。再根据需要用丙酮配制成不同浓度的混合标准工作溶液。标准储备液保存于 4℃冰箱中,可使用一年;混合标准工作溶液保存于 4℃冰箱中,可使用一个月。

3.2.12 内标标准溶液:分别准确称取内吸磷和乙基谷硫磷标准品,用丙酮配制成 1 mg/mL 的混合内标储备液,根据需要再稀释成合适浓度的内标工作液。

#### 3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱-质谱联用仪:带有电子轰击离子源(EI)。

3.3.2 快速漩流浓缩仪:配有冷却循环水机。

3.3.3 组织捣碎机。

3.3.4 高速均质器:8 000 r/min~24 000 r/min。

3.3.5 离心机:3 000 r/min。

#### 3.4 测定步骤

##### 3.4.1 制样

取约 200 g 蔬菜、水果试样,经组织捣碎机破碎成浆状。

##### 3.4.2 提取

称取 10.0 g 混匀的试样,于 100 mL 离心管中,加入 25 mL 丙酮,定量加入内标工作溶液,高速均质 2 min,于 3 000 r/min 下离心 5 min,将上清液经垫有滤纸的漏斗移至 250 mL 分液漏斗中。于离心管中再加入 25 mL 丙酮,高速均质 2 min,在 3 000 r/min 下离心 5 min,上清液经过滤合并至分液漏斗中。

##### 3.4.3 净化

上述分液漏斗中加入 20 mL 石油醚、20 mL 二氯甲烷,用力振摇 1 min,将下层水相转移至另一只分液漏斗中,上层有机相移至具塞三角瓶中。向装有水相的分液漏斗中加入 2 g 氯化钠,用力振摇至氯化钠基本溶解,加入 2×20 mL 二氯甲烷,用力振摇 1 min,将下层有机相合并于三角瓶中。向三角瓶中加入约 15 g 无水硫酸钠,静置约 30 min。

将脱水后提取液经垫有滤纸的漏斗转移至快速漩流浓缩仪的浓缩瓶中,用 2×20 mL 二氯甲烷洗涤硫

酸钠,一并转移至浓缩瓶中。设定快速漩流浓缩仪水浴温度为 30℃、扇叶旋转速度为 4 000 r/min,冷凝套内循环水温度控制在 5℃~10℃之间,在此条件下浓缩至 1 mL,供气相色谱-质谱分析。

### 3.4.4 气相色谱-质谱测定

#### 3.4.4.1 气相色谱测定条件

- a) 色谱柱:石英毛细管柱 DB-5MS,柱长 25 m,内径 0.25 mm,涂膜厚度 0.25 μm。  
石英毛细管柱 DB-35MS,柱长 25 m,内径 0.25 mm,涂膜厚度 0.25 μm。  
石英毛细管柱 DB-1701,柱长 25 m,内径 0.25 mm,涂膜厚度 0.25 μm。  
柱与进样口汽化室之间接 1 m 长的预柱。
- b) 载气:氦气,纯度≥99.999%。
- c) 载气流速:1 mL/min。
- d) 柱温:初始温度为 50℃,以 20℃/min 程序升温至 120℃,再以 3℃/min 程序升温至 280℃,保持 15 min。
- e) 进样量:2 μL。
- f) 进样方式:不分流进样,1 min 后打开分流阀。
- g) 进样口温度:260℃。

#### 3.4.4.2 质谱测定条件

- a) 接口温度:250℃。
- b) 电离方式:EI。
- c) 电子能量:70 eV。
- d) 离子源温度:200℃。
- e) 检测电压(光电倍增器):350 V(检测时可根据灵敏度作调整)。
- f) 扫描范围:全扫描检测质量范围为 50 u~550 u,扫描速度 0.45 s。
- g) 选择离子检测:根据被测物的保留时间,在对应的时间窗内设定特征离子,107 种农药所选择的筛选和定性离子参见表 D.1。
- h) 扫描速度:0.1 s。
- i) 溶剂延时:5 min。

#### 3.4.4.3 气相色谱-质谱测定

根据上述测定条件,首先注入含内标的被测农药混合标准品溶液,其浓度约为 2 μg/mL,确定内标和被测农药的保留时间(RT 值),并设置或校准被测农药检测离子的时间窗。为保证有足够的检测灵敏度,改善在一次分析时对不能较好分离物质的检测,设定两个保留时间窗扫描程序,在每一个时间窗内少放几个选择离子,将在色谱柱上不能分离的被测物分别编入两个不同的扫描程序内,每个样品进两次,进行两次分析。当被测组分不能满足分离条件时,更换不同极性色谱柱加以分离。107 种农药在三种不同色谱柱上的保留时间和比保留时间参见表 G.1,总离子流图参见图 H.1~图 H.3。

### 3.4.5 空白试验

除添加试样外,均按上述步骤进行。

### 3.5 结果计算

每一种农药残留量选择其基峰离子的质量色谱图,6 min~34 min 内被测农药以内吸磷为内标,34 min~64 min 内被测农药以乙基谷硫磷为内标,按式(2)分别计算:

$$X = \frac{H \times H'_i \times c' \times m_i}{H_i \times H' \times c'_i \times m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X——样品中每一种被测农药残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

H——样品中被测农药选择离子的峰高或峰面积;

$H'_i$ ——标准溶液中内标物选择离子的峰高或峰面积；

$c'$ ——标准溶液中农药的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$m_i$ ——样品中添加内标物的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$H_i$ ——标准溶液中农药选择离子的峰高或峰面积；

$H'$ ——样品中内标物选择离子的峰高或峰面积；

$c'_i$ ——标准溶液中内标物质的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$m$ ——样品的质量,单位为克(g)。

### 3.6 回收率和精密度

本方法回收率和精密度参见附录 I。



## 附 录 A

(规范性附录)

## 水果和蔬菜中 211 种农药种类和分组及配制溶剂表

A.1 A 组 水果和蔬菜中 118 种农药种类及配制溶剂见表 A.1。

表 A.1 A 组 水果和蔬菜中 118 种农药种类及配制溶剂表

| 序号 | 农药名称  | 英文名称                    | CAS 号       | 化学分子式                   | 溶剂   |
|----|-------|-------------------------|-------------|-------------------------|------|
| 1  | 敌敌畏   | Dichlorvos              | 000062-73-7 | $C_4H_7Cl_2O_4P$        | 丙酮   |
| 2  | 克百威   | Carbofuran              | 001563-66-2 | $C_{12}H_{15}NO_3$      | 甲醇   |
| 3  | 丙草丹   | EPTC                    | 000759-94-4 | $C_9H_{19}NOS$          | 丙酮   |
| 4  | 速灭磷   | Mevinphos               | 007786-34-7 | $C_7H_{13}O_6P$         | 丙酮   |
| 5  | 灭草敌   | Vernolate               | 001929-77-7 | $C_{10}H_{21}NOS$       | 甲醇   |
| 6  | 克草敌   | Pebulate                | 001114-71-2 | $C_{10}H_{21}NOS$       | 甲醇   |
| 7  | 甲茶威   | Carbaryl                | 000063-25-2 | $C_{12}H_{11}NO_2$      | 丙酮   |
| 8  | 禾草特   | Molinate                | 002212-67-1 | $C_9H_{17}NOS$          | 丙酮   |
| 9  | 异丙威   | Isoprocab               | 002631-40-5 | $C_{11}H_{15}NO_2$      | 甲醇   |
| 10 | 仲丁威   | Fenobucarb              | 003766-81-2 | $C_{12}H_{17}NO_2$      | 甲醇   |
| 11 | 残杀威   | Propoxur                | 000114-26-1 | $C_{11}H_{15}NO_3$      | 甲醇   |
| 12 | 甲基内吸磷 | Demeton methyl          | 000919-86-8 | $C_6H_{15}O_3PS_2$      | 丙酮   |
| 13 | 苯敌草   | Phenmedipham            | 013684-56-5 | $C_{16}H_{16}N_2O_4$    | 丙酮   |
| 14 | 氯苯胺灵  | Chlorpropham            | 000101-21-3 | $C_{10}H_{12}ClNO_2$    | 苯    |
| 15 | 百治磷   | Dicrotophos             | 000141-66-2 | $C_8H_{16}NO_5P$        | 苯    |
| 16 | 戊菌隆   | Pencycuron              | 066063-05-6 | $C_{19}H_{21}ClN_2O$    | 丙酮   |
| 17 | 甲拌磷   | Phorate                 | 000298-02-2 | $C_7H_{17}O_2PS_3$      | 丙酮   |
| 18 | 甲基乙拌磷 | Thiometon               | 000640-15-3 | $C_6H_{15}O_2PS_3$      | 丙酮   |
| 19 | 氯硝胺   | Dicloran                | 000099-30-9 | $C_6H_4Cl_2N_2O_2$      | 丙酮   |
| 20 | 西玛津   | Simazine                | 000122-34-9 | $C_7H_{12}ClN_5$        | 二氯甲烷 |
| 21 | 丙硫克百威 | Benfuracarb             | 082560-54-1 | $C_{20}H_{30}N_2O_5S$   | 甲醇   |
| 22 | 噻节因   | Dimethipin              | 055290-64-7 | $C_6H_{10}O_4S_2$       | 丙酮   |
| 23 | 异恶草酮  | Clomazone               | 081777-89-1 | $C_{12}H_{14}ClNO_2$    | 丙酮   |
| 24 | 林丹    | Lindane                 | 000058-89-9 | $C_6H_6Cl_6$            | 丙酮   |
| 25 | 五氯硝基苯 | Pentachloronitrobenzene | 000082-68-8 | $C_6Cl_5NO_2$           | 丙酮   |
| 26 | 胺丙畏   | Propetamphos            | 031218-83-4 | $C_{10}H_{20}NO_4PS$    | 丙酮   |
| 27 | 拿草特   | Propyzamide             | 023950-58-5 | $C_{12}H_{11}Cl_2NO$    | 丙酮   |
| 28 | 磷胺 I  | Phosphamidon I          | 013171-21-6 | $C_{10}H_{19}ClNO_5P$   | 丙酮   |
| 29 | 乙拌磷   | Disulfoton              | 000298-04-4 | $C_8H_{19}O_2PS_3$      | 丙酮   |
| 30 | 敌乐胺   | Dinitramine             | 029091-05-2 | $C_{11}H_{13}F_3N_4O_4$ | 丙酮   |

表 A.1 (续)

| 序号 | 农药名称    | 英文名称             | CAS 号       | 化学分子式                                                             | 溶剂   |
|----|---------|------------------|-------------|-------------------------------------------------------------------|------|
| 31 | 七氟菊酯    | Tefluthrin       | 079538-32-2 | C <sub>17</sub> H <sub>14</sub> ClF <sub>7</sub> O <sub>2</sub>   | 丙酮   |
| 32 | 乙嘧硫磷    | Etrimfos         | 038260-54-7 | C <sub>10</sub> H <sub>17</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> PS  | 丙酮   |
| 33 | 溴烯杀     | Bromocyclen      | 018181-80-1 | C <sub>8</sub> H <sub>5</sub> BrCl <sub>6</sub>                   | 丙酮   |
| 34 | 敌稗      | Propanil         | 000709-98-8 | C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>2</sub> NO                  | 丙酮   |
| 35 | 磷胺 II   | Phosphamidon II  | 013171-21-6 | C <sub>10</sub> H <sub>19</sub> ClNO <sub>5</sub> P               | 丙酮   |
| 36 | 乙草胺     | Acetochlor       | 034256-82-1 | C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> ClNO <sub>2</sub>                 | 丙酮   |
| 37 | 甲基对硫磷   | Parathion-methyl | 000298-00-0 | C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> NO <sub>5</sub> PS                 | 丙酮   |
| 38 | 甲基立枯磷   | Tolclofos-methyl | 057018-04-9 | C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PS  | 丙酮   |
| 39 | 甲草胺     | Alachlor         | 015972-60-8 | C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> ClNO <sub>2</sub>                 | 丙酮   |
| 40 | 溴灭净     | Ametryn          | 000834-12-8 | C <sub>9</sub> H <sub>17</sub> N <sub>5</sub> S                   | 丙酮   |
| 41 | 扑草净     | Prometryn        | 007287-19-6 | C <sub>10</sub> H <sub>19</sub> N <sub>5</sub> S                  | 丙酮   |
| 42 | 甲霜灵     | Metalaxyl        | 057837-19-1 | C <sub>15</sub> H <sub>21</sub> NO <sub>4</sub>                   | 丙酮   |
| 43 | 皮蝇磷     | Fenchlorphos     | 000299-84-3 | C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>3</sub> O <sub>3</sub> PS   | 丙酮   |
| 44 | 特丁净     | Terbutryne       | 000886-50-0 | C <sub>10</sub> H <sub>19</sub> N <sub>5</sub> S                  | 二氯甲烷 |
| 45 | 灭虫威     | Methiocarb       | 002032-65-7 | C <sub>11</sub> H <sub>15</sub> NO <sub>2</sub> S                 | 丙酮   |
| 46 | 蔬菜灭     | Pentachlor       | 002307-68-8 | C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> ClNO                              | 丙酮   |
| 47 | 禾草丹     | Thiobencarb      | 028249-77-6 | C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> ClNOS                             | 丙酮   |
| 48 | 马拉硫磷    | Malathion        | 000121-75-5 | C <sub>10</sub> H <sub>19</sub> O <sub>6</sub> PS <sub>2</sub>    | 丙酮   |
| 49 | 乙霉威     | Diethofencarb    | 087130-20-9 | C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> NO <sub>4</sub>                   | 丙酮   |
| 50 | 甲基毒虫畏   | Dimethylvinphos  | 002274-67-1 | C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>3</sub> O <sub>4</sub> P  | 丙酮   |
| 51 | 毒死蜱     | Chlorpyrifos     | 002921-88-2 | C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> Cl <sub>3</sub> NO <sub>3</sub> PS | 丙酮   |
| 52 | 水胺硫磷    | Isocarbophos     | 024353-61-5 | C <sub>11</sub> H <sub>16</sub> NO <sub>4</sub> PS                | 丙酮   |
| 53 | 灭草松     | Bentazone        | 025057-89-0 | C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub> S   | 丙酮   |
| 54 | 甲基溴硫磷   | Bromophos        | 002104-96-3 | C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> BrCl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PS | 丙酮   |
| 55 | 乙基嘧啶磷   | Pirimiphos ethyl | 023505-41-1 | C <sub>13</sub> H <sub>24</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> PS  | 丙酮   |
| 56 | 敌菌灵     | Anilazine        | 000101-05-3 | C <sub>9</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>3</sub> N <sub>4</sub>      | 丙酮   |
| 57 | 戊菌唑     | Penconazole      | 066246-88-6 | C <sub>13</sub> H <sub>15</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub>    | 丙酮   |
| 58 | 噻菌灵     | Thiabendazole    | 000148-79-8 | C <sub>10</sub> H <sub>7</sub> N <sub>3</sub> S                   | 丙酮   |
| 59 | 毒虫畏     | Chlorfenvinphos  | 000470-90-6 | C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> Cl <sub>3</sub> O <sub>4</sub> P  | 丙酮   |
| 60 | 三唑醇     | Triadimenol      | 055219-65-3 | C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>2</sub>   | 丙酮   |
| 61 | 唑硫磷     | Quinalphos       | 013593-03-8 | C <sub>12</sub> H <sub>15</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PS  | 丙酮   |
| 62 | 反丙烯除虫菊酯 | Bioallethrin     | 000584-79-2 | C <sub>19</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>                    | 丙酮   |
| 63 | 氯杀螨     | Chlorbenside     | 000303-17-3 | C <sub>13</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>2</sub> S                 | 丙酮   |
| 64 | 灭螨猛     | Oxythioquinox    | 002439-01-2 | C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> OS <sub>2</sub>     | 丙酮   |
| 65 | 抗倒胺     | Inabenfide       | 082211-24-3 | C <sub>19</sub> H <sub>15</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>2</sub>   | 丙酮   |

表 A.1 (续)

| 序号  | 农药名称             | 英文名称                           | CAS 号       | 化学分子式                                                                                       | 溶剂 |
|-----|------------------|--------------------------------|-------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 66  | 杀扑磷              | Methidathion                   | 000950-37-8 | C <sub>6</sub> H <sub>11</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> PS <sub>3</sub>                | 丙酮 |
| 67  | <i>o,p'</i> -滴滴伊 | <i>o,p'</i> -DDE               | 003424-82-6 | C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub>                                              | 丙酮 |
| 68  | $\alpha$ -硫丹     | Endosulfan ( $\alpha$ -isomer) | 000959-98-8 | C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S                              | 丙酮 |
| 69  | 杀虫畏              | Tetrachlorvinphos              | 000961-11-5 | C <sub>10</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>4</sub> O <sub>4</sub> P                             | 丙酮 |
| 70  | 定虫隆              | Chlorfluazuron                 | 071422-67-8 | C <sub>20</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>3</sub> F <sub>5</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> | 丙酮 |
| 71  | 碘硫磷              | Iodofenphos                    | 018181-70-9 | C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>2</sub> IO <sub>3</sub> PS                            | 丙酮 |
| 72  | 灭线磷              | Phenamiphos                    | 022224-92-6 | C <sub>13</sub> H <sub>22</sub> NO <sub>3</sub> PS                                          | 丙酮 |
| 73  | 氟酰胺              | Flutolanil                     | 066332-96-5 | C <sub>17</sub> H <sub>16</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>2</sub>                              | 丙酮 |
| 74  | 丙溴磷              | Profenofos                     | 041198-08-7 | C <sub>11</sub> H <sub>15</sub> BrClO <sub>3</sub> PS                                       | 丙酮 |
| 75  | 狄氏剂              | Dieldran                       | 000060-57-1 | C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub> O                                            | 丙酮 |
| 76  | <i>p,p'</i> -滴滴伊 | <i>p,p'</i> -DDE               | 000072-55-9 | C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub>                                              | 丙酮 |
| 77  | 丙草胺              | Pretilachlor                   | 051218-49-6 | C <sub>17</sub> H <sub>26</sub> ClNO <sub>2</sub>                                           | 丙酮 |
| 78  | 萎锈灵              | Carboxin                       | 005234-68-4 | C <sub>12</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>2</sub> S                                           | 丙酮 |
| 79  | <i>o,p'</i> -滴滴滴 | <i>o,p'</i> -DDD               | 000053-19-0 | C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>4</sub>                                             | 丙酮 |
| 80  | 噻嗪酮              | Buprofezin                     | 069327-76-0 | C <sub>16</sub> H <sub>23</sub> N <sub>3</sub> OS                                           | 丙酮 |
| 81  | 氟硅唑              | Flusilazole                    | 085509-19-9 | C <sub>16</sub> H <sub>15</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> Si                            | 丙酮 |
| 82  | 苯氧菊酯             | Kresoxim methyl                | 143390-89-0 | C <sub>18</sub> H <sub>19</sub> NO <sub>4</sub>                                             | 丙酮 |
| 83  | 环丙唑醇             | Cyproconazole                  | 113096-99-4 | C <sub>15</sub> H <sub>18</sub> ClN <sub>3</sub> O                                          | 丙酮 |
| 84  | 乐杀螨              | Binapacryl                     | 000485-31-4 | C <sub>15</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O <sub>6</sub>                               | 丙酮 |
| 85  | $\beta$ -硫丹      | Endosulfan ( $\beta$ -isomer)  | 033213-65-9 | C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S                              | 丙酮 |
| 86  | <i>p,p'</i> -滴滴滴 | <i>p,p'</i> -DDD               | 000072-54-8 | C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>4</sub>                                             | 丙酮 |
| 87  | 恶霜灵              | Oxadixyl                       | 077732-09-3 | C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                               | 丙酮 |
| 88  | 甲基毗恶磷            | Azamethiphos                   | 035575-96-3 | C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>5</sub> PS                           | 丙酮 |
| 89  | 三硫磷              | Carbophenothion                | 000786-19-6 | C <sub>11</sub> H <sub>16</sub> ClO <sub>2</sub> PS <sub>3</sub>                            | 丙酮 |
| 90  | 敌瘟磷              | Edifenphos                     | 017109-49-8 | C <sub>14</sub> H <sub>15</sub> O <sub>2</sub> PS <sub>2</sub>                              | 丙酮 |
| 91  | 氟菌唑              | Triflumizole                   | 068694-11-1 | C <sub>15</sub> H <sub>15</sub> ClF <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O                           | 丙酮 |
| 92  | 环嗪酮              | Hexazinone                     | 051235-04-2 | C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> N <sub>4</sub> O <sub>2</sub>                               | 丙酮 |
| 93  | 克螨特              | Propargite                     | 002312-35-8 | C <sub>19</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub> S                                            | 丙酮 |
| 94  | 顺式-灭虫菊酯          | Resmethrin                     | 010453-86-8 | C <sub>12</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>                                              | 丙酮 |
| 95  | 反式-灭虫菊酯          | Bioresmethrin                  | 028434-01-7 | C <sub>12</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>                                              | 丙酮 |
| 96  | 异狄氏剂(酮)          | Endrin ketone                  | 053494-70-5 | C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub> O                                            | 丙酮 |
| 97  | 异菌脲              | Iprodione                      | 036734-19-7 | C <sub>7</sub> H <sub>11</sub> ClN <sub>4</sub>                                             | 丙酮 |
| 98  | 溴螨酯              | Bromopropylate                 | 018181-80-1 | C <sub>17</sub> H <sub>16</sub> Br <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                              | 丙酮 |
| 99  | 苯硫磷              | EPN                            | 002104-64-5 | C <sub>14</sub> H <sub>14</sub> NO <sub>4</sub> PS                                          | 丙酮 |
| 100 | 甲氧菊酯             | Fenpropathion                  | 064257-84-7 | C <sub>22</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>3</sub>                                             | 丙酮 |

表 A.1 (续)

| 序号  | 农药名称  | 英文名称                | CAS 号       | 化学分子式                                                                         | 溶剂  |
|-----|-------|---------------------|-------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 101 | 吡蚜胺   | Tebufenpyrad        | 119168-77-3 | C <sub>18</sub> H <sub>24</sub> ClN <sub>3</sub> O                            | 丙酮  |
| 102 | 三氯杀螨砜 | Tetradifon          | 000116-29-0 | C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>4</sub> O <sub>2</sub> S               | 丙酮  |
| 103 | 保棉磷   | Azinphos methyl     | 000086-50-0 | C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> PS <sub>2</sub> | 丙酮  |
| 104 | 伏杀硫磷  | Phosalone           | 002310-17-0 | C <sub>12</sub> H <sub>15</sub> ClNO <sub>4</sub> PS <sub>2</sub>             | 丙酮  |
| 105 | 灭蚁灵   | Mirex               | 002385-85-5 | C <sub>10</sub> Cl <sub>12</sub>                                              | 丙酮  |
| 106 | 虫酰肼   | Tebufenozide        | 112410-23-8 | C <sub>22</sub> H <sub>28</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                 | 丙酮  |
| 107 | 氯氟氰菊酯 | Cyhalothrin(lambda) | 068085-85-8 | C <sub>23</sub> H <sub>19</sub> ClF <sub>3</sub> NO <sub>3</sub>              | 正己烷 |
| 108 | 吡菌磷   | Pyrazophos          | 013457-18-6 | C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> PS              | 丙酮  |
| 109 | 氟丙菊酯  | Acrinathrin         | 103833-18-7 | C <sub>26</sub> H <sub>21</sub> F <sub>5</sub> NO <sub>5</sub>                | 正己烷 |
| 110 | 联苯三唑醇 | Bitertanol          | 055179-31-2 | C <sub>20</sub> H <sub>23</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>                 | 丙酮  |
| 111 | 吡蚜灵   | Pyridaben           | 096489-71-3 | C <sub>19</sub> H <sub>25</sub> ClN <sub>2</sub> OS                           | 丙酮  |
| 112 | 丙氯灵   | Prochloraz          | 067747-09-5 | C <sub>15</sub> H <sub>15</sub> Cl <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> | 丙酮  |
| 113 | 氟氯氰菊酯 | Cyfluthrin          | 068359-37-5 | C <sub>22</sub> H <sub>18</sub> Cl <sub>2</sub> FNO <sub>3</sub>              | 丙酮  |
| 114 | 氯氰菊酯  | Cypermethin         | 052315-07-8 | C <sub>22</sub> H <sub>19</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>3</sub>               | 正己烷 |
| 115 | 氟氯戊菊酯 | Flucythrinate       | 070124-77-5 | C <sub>26</sub> H <sub>23</sub> F <sub>2</sub> NO <sub>4</sub>                | 正己烷 |
| 116 | 氰戊菊酯  | Fenvalerate         | 051630-58-1 | C <sub>25</sub> H <sub>22</sub> ClNO <sub>3</sub>                             | 丙酮  |
| 117 | 苯醚甲环唑 | Difenoconazole      | 119446-68-3 | C <sub>19</sub> H <sub>17</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> | 丙酮  |
| 118 | 四溴菊酯  | Tralomethrin        | 066841-25-6 | C <sub>22</sub> H <sub>19</sub> Br <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>               | 丙酮  |

A.2 B组 水果和蔬菜中 93 种农药种类及配制溶剂见表 A.2。

表 A.2 B组 水果和蔬菜中 93 种农药种类及配制溶剂表

| 序号 | 农药名称  | 英文名称          | CAS 号       | 化学分子式                                                                          | 溶剂 |
|----|-------|---------------|-------------|--------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1  | 甲胺磷   | Methamidophos | 010265-92-6 | C <sub>2</sub> H <sub>8</sub> NO <sub>2</sub> PS                               | 丙酮 |
| 2  | 恶虫威   | Bendiocarb    | 022781-23-3 | C <sub>11</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>4</sub>                                | 丙酮 |
| 3  | 丁草敌   | Butylate      | 002008-41-5 | C <sub>11</sub> H <sub>23</sub> NOS                                            | 丙酮 |
| 4  | 乙酰甲胺磷 | Acephate      | 030560-19-1 | C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> NO <sub>3</sub> PS                              | 丙酮 |
| 5  | 苯胺灵   | Propham       | 000122-42-9 | C <sub>10</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>2</sub>                                | 丙酮 |
| 6  | 特普    | TEPP          | 000107-49-3 | C <sub>8</sub> H <sub>20</sub> O <sub>7</sub> P <sub>2</sub>                   | 丙酮 |
| 7  | 氧乐果   | Omethoate     | 001113-02-6 | C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> NO <sub>4</sub> PS                              | 丙酮 |
| 8  | 四氯硝基苯 | Tecnazene     | 000117-18-0 | C <sub>6</sub> HCl <sub>4</sub> NO <sub>2</sub>                                | 乙醇 |
| 9  | 毒草胺   | Propachlor    | 001918-16-7 | C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> ClNO                                           | 丙酮 |
| 10 | 百草敌   | Dicamba       | 001918-00-9 | C <sub>8</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                   | 丙酮 |
| 11 | 二溴磷   | Naled         | 000300-76-5 | C <sub>4</sub> H <sub>7</sub> Br <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> P | 丙酮 |
| 12 | 久效磷   | Monocrotophos | 006923-22-4 | C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> NO <sub>5</sub> P                               | 丙酮 |
| 13 | 氟乐灵   | Trifluralin   | 001582-09-8 | C <sub>13</sub> H <sub>16</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>   | 丙酮 |
| 14 | α-六六六 | α-BHC         | 000319-84-6 | C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>                                  | 丙酮 |

表 A.2 (续)

| 序号 | 农药名称  | 英文名称                | CAS 号       | 化学分子式                                                                                        | 溶剂   |
|----|-------|---------------------|-------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| 15 | 六氯苯   | Hexachlorobenzene   | 000118-74-1 | C <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>                                                               | 丙酮   |
| 16 | 乐果    | Dimethoate          | 000060-51-5 | C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> NO <sub>3</sub> PS <sub>2</sub>                               | 丙酮   |
| 17 | 氯草灵   | Chlorbufam          | 001967-16-4 | C <sub>11</sub> H <sub>10</sub> ClNO <sub>2</sub>                                            | 丙酮   |
| 18 | 莠去津   | Atrazine            | 001912-24-9 | C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> ClN <sub>5</sub>                                              | 丙酮   |
| 19 | 扑灭津   | Propazine           | 000139-40-2 | C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> ClN <sub>5</sub>                                              | 丙酮   |
| 20 | 敌杀磷   | Dioxathion          | 000078-34-2 | C <sub>12</sub> H <sub>26</sub> O <sub>6</sub> P <sub>2</sub> S <sub>4</sub>                 | 丙酮   |
| 21 | 特丁磷   | Terbufos            | 013071-79-9 | C <sub>9</sub> H <sub>21</sub> O <sub>2</sub> PS <sub>3</sub>                                | 丙酮   |
| 22 | 地虫硫磷  | Fonofos             | 000944-22-9 | C <sub>10</sub> H <sub>15</sub> OPS <sub>2</sub>                                             | 丙酮   |
| 23 | 二嗪磷   | Diazinon            | 000333-41-5 | C <sub>12</sub> H <sub>21</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PS                             | 丙酮   |
| 24 | δ-六六六 | δ-BHC               | 000319-86-8 | C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>                                                | 丙酮   |
| 25 | 特草定   | Terbacil            | 005902-51-2 | C <sub>9</sub> H <sub>13</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                               | 甲醇   |
| 26 | 百菌清   | Chlorothalonil      | 001897-45-6 | C <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub> N <sub>2</sub>                                                | 丙酮   |
| 27 | 野麦畏   | Tri-allate          | 002303-17-5 | C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> Cl <sub>3</sub> NOS                                          | 丙酮   |
| 28 | 苯虫威   | Ethiofencarb        | 029973-13-5 | C <sub>11</sub> H <sub>15</sub> NO <sub>2</sub> S                                            | 甲醇   |
| 29 | 除线磷   | Dichlofenthion      | 000097-17-6 | C <sub>10</sub> H <sub>13</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PS                            | 丙酮   |
| 30 | 赛克津   | Metribuzin          | 021087-64-9 | C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub> OS                                             | 丙酮   |
| 31 | 乙烯菌核利 | Vinclozlin          | 050471-44-8 | C <sub>12</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>3</sub>                               | 丙酮   |
| 32 | 甲基毒死蜱 | Chlorpyrifos methyl | 005598-13-0 | C <sub>7</sub> H <sub>7</sub> Cl <sub>3</sub> NO <sub>3</sub> PS                             | 丙酮   |
| 33 | 七氯    | Heptachlor          | 000076-44-8 | C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub>                                               | 丙酮   |
| 34 | 乙基对氧磷 | Paraoxon            | 000311-45-5 | C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> NO <sub>6</sub> P                                            | 丙酮   |
| 35 | 砒吸磷   | Oxydemeton-methyl   | 000301-12-2 | C <sub>6</sub> H <sub>15</sub> O <sub>4</sub> PS <sub>2</sub>                                | 丙酮   |
| 36 | 杀螟硫磷  | Fenitrothion        | 000122-14-5 | C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> NO <sub>3</sub> PS                                            | 丙酮   |
| 37 | 甲基嘧啶磷 | Pirimiphos methyl   | 029232-93-7 | C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> PS                             | 丙酮   |
| 38 | 抑菌磷   | Dichlofluanid       | 001085-98-9 | C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> Cl <sub>2</sub> FN <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub> | 丙酮   |
| 39 | 艾氏剂   | Aldrin              | 000309-00-2 | C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub>                                               | 丙酮   |
| 40 | 异丙甲草胺 | Metolachlor         | 051218-45-2 | C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> ClNO <sub>2</sub>                                            | 丙酮   |
| 41 | 倍硫磷   | Fenthion            | 000055-38-9 | C <sub>10</sub> H <sub>15</sub> O <sub>3</sub> PS <sub>2</sub>                               | 丙酮   |
| 42 | 三氯杀螨醇 | Dicofol             | 000115-32-2 | C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>5</sub> O                                             | 丙酮   |
| 43 | 对硫磷   | Parathion           | 000056-38-2 | C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> NO <sub>5</sub> PS                                           | 丙酮   |
| 44 | 三唑酮   | Triadimefon         | 043121-43-3 | C <sub>14</sub> H <sub>16</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>2</sub>                              | 二氯甲烷 |
| 45 | 毒壤磷   | Trichloronate       | 000327-98-0 | C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> Cl <sub>3</sub> O <sub>2</sub> PS                            | 丙酮   |
| 46 | 异艾氏剂  | Isodrin             | 000465-73-6 | C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub>                                               | 丙酮   |
| 47 | 胺硝草   | Pendimethalin       | 040487-42-1 | C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>                                | 丙酮   |
| 48 | 环氧七氯  | Heptachlore epoxide | 001024-57-3 | C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub> O                                             | 丙酮   |
| 49 | 棉胺磷   | Phosfolan           | 000947-02-4 | C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> NO <sub>3</sub> PS <sub>2</sub>                               | 丙酮   |

表 A.2 (续)

| 序号 | 农药名称             | 英文名称                       | CAS 号       | 化学分子式                                                                                         | 溶剂 |
|----|------------------|----------------------------|-------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 50 | 地安磷              | Mephosfolan                | 000950-10-7 | C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> NO <sub>3</sub> PS <sub>2</sub>                                | 丙酮 |
| 51 | 丙胺磷              | Isofenphos                 | 025311-71-1 | C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> NO <sub>4</sub> PS                                            | 丙酮 |
| 52 | 灭蚜磷              | Mecarbam                   | 002595-54-2 | C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> NO <sub>3</sub> PS <sub>2</sub>                               | 丙酮 |
| 53 | 稻丰散              | Phenthoate                 | 002597-03-7 | C <sub>12</sub> H <sub>17</sub> O <sub>4</sub> PS <sub>2</sub>                                | 丙酮 |
| 54 | 丁草胺              | Butachlor                  | 023184-66-9 | C <sub>17</sub> H <sub>26</sub> ClNO <sub>2</sub>                                             | 丙酮 |
| 55 | 敌草胺              | Napropamide                | 015299-99-7 | C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> NO <sub>2</sub>                                               | 丙酮 |
| 56 | 丙硫磷              | Prothiofos                 | 034643-46-4 | C <sub>11</sub> H <sub>15</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>2</sub> PS <sub>2</sub>                | 丙酮 |
| 57 | 脱叶磷              | Tributyl phosphoreithioate | 000078-48-8 | C <sub>12</sub> H <sub>27</sub> OPS <sub>3</sub>                                              | 丙酮 |
| 58 | 恶草酮              | Oxydiazon                  | 019666-30-9 | C <sub>15</sub> H <sub>18</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                 | 丙酮 |
| 59 | 腈菌唑              | Myclobutanil               | 088671-89-0 | C <sub>15</sub> H <sub>17</sub> ClN <sub>4</sub>                                              | 丙酮 |
| 60 | 杀螨特              | Aramite                    | 000140-57-8 | C <sub>15</sub> H <sub>23</sub> ClO <sub>4</sub> S                                            | 丙酮 |
| 61 | 噻呋酰胺             | Thifluzamide               | —           | C <sub>13</sub> H <sub>6</sub> Br <sub>2</sub> F <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S | 丙酮 |
| 62 | 除草醚              | Nitrofen                   | 001836-75-5 | C <sub>12</sub> H <sub>7</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>3</sub>                                | 丙酮 |
| 63 | 环唑醇              | Cyproconazole              | 113096-99-4 | C <sub>15</sub> H <sub>18</sub> ClN <sub>3</sub> O                                            | 丙酮 |
| 64 | 氯苯胺灵             | Chlorobenzilate            | 000510-15-6 | C <sub>16</sub> H <sub>14</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                                | 丙酮 |
| 65 | 丰索磷              | Fensulfthion               | 000115-90-2 | C <sub>11</sub> H <sub>17</sub> O <sub>4</sub> PS <sub>2</sub>                                | 丙酮 |
| 66 | <i>o,p'</i> -滴滴涕 | <i>o,p'</i> -DDT           | 000789-02-6 | C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>5</sub>                                                | 丙酮 |
| 67 | 三唑磷              | Triazophos                 | 024017-47-8 | C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> PS                              | 丙酮 |
| 68 | 伐灭磷              | Famphur                    | 000052-85-7 | C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> NO <sub>5</sub> PS <sub>2</sub>                               | 丙酮 |
| 69 | 苯霜灵              | Benalaxyl                  | 071626-11-4 | C <sub>20</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>3</sub>                                               | 丙酮 |
| 70 | 环草定              | Lenacil                    | 002164-08-1 | C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                                 | 丙酮 |
| 71 | 丙环唑              | Propiconazole              | 060207-90-1 | C <sub>15</sub> H <sub>17</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>                 | 丙酮 |
| 72 | 吡氟酰草胺            | Diffenican                 | 083164-33-4 | C <sub>19</sub> H <sub>11</sub> F <sub>5</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                  | 丙酮 |
| 73 | 增效醚              | Piperonyl butoxide         | 000051-03-6 | C <sub>19</sub> H <sub>30</sub> O <sub>5</sub>                                                | 丙酮 |
| 74 | 吡氟氯禾灵            | Haloxypol methyl           | 072619-32-0 | C <sub>16</sub> H <sub>13</sub> ClF <sub>3</sub> NO <sub>4</sub>                              | 丙酮 |
| 75 | 亚胺硫磷             | Phosmet                    | 000732-11-6 | C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> NO <sub>4</sub> PS <sub>2</sub>                               | 丙酮 |
| 76 | 胺菊酯              | Tetramethirn               | 007696-12-0 | C <sub>19</sub> H <sub>25</sub> NO <sub>4</sub>                                               | 丙酮 |
| 77 | 联苯菊酯             | Bifenthrin                 | 082657-04-3 | C <sub>23</sub> H <sub>22</sub> ClF <sub>3</sub> O <sub>2</sub>                               | 丙酮 |
| 78 | 苯醚菊酯             | Phenothrin                 | 026002-80-2 | C <sub>23</sub> H <sub>25</sub> O <sub>3</sub>                                                | 丙酮 |
| 79 | 呋线威              | Furathiocarb               | 065907-30-4 | C <sub>18</sub> H <sub>26</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub> S                               | 丙酮 |
| 80 | 溴苯磷              | Leptophos                  | 021609-90-5 | C <sub>13</sub> H <sub>10</sub> BrCl <sub>2</sub> O <sub>2</sub> PS                           | 丙酮 |
| 81 | 苯噻酰草胺            | Mefenacet                  | 073250-68-7 | C <sub>16</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S                               | 丙酮 |
| 82 | 异噻菌醇             | Fenarimol                  | 060168-88-9 | C <sub>17</sub> H <sub>12</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O                              | 丙酮 |
| 83 | 益棉磷              | Azinphos-ethyl             | 002642-71-9 | C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> PS <sub>2</sub>                 | 丙酮 |

表 A.2 (续)

| 序号 | 农药名称  | 英文名称             | CAS 号       | 化学分子式                     | 溶剂 |
|----|-------|------------------|-------------|---------------------------|----|
| 84 | 吡唑硫磷  | Pyraclufos       | 077458-01-6 | $C_{14}H_{18}ClN_2O_3PS$  | 丙酮 |
| 85 | 噻草酮   | Cycloxydim       | 010120-50-2 | $C_{17}H_{27}NO_3S$       | 丙酮 |
| 86 | 氯菊酯   | Permethrin       | 052645-53-1 | $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$     | 丙酮 |
| 87 | 蝇毒磷   | Coumaphos        | 000056-72-4 | $C_{14}H_{16}ClO_5PS$     | 丙酮 |
| 88 | 禾草克   | Quizalofop-ethyl | 076578-14-8 | $C_{19}H_{17}ClN_2O_4$    | 丙酮 |
| 89 | 醚菊酯   | Ethofenprox      | 080844-07-1 | $C_{25}H_{28}O_2$         | 丙酮 |
| 90 | 氟啶草酮  | Fluridone        | 059756-60-4 | $C_{19}H_{14}F_3NO$       | 丙酮 |
| 91 | 吡草特   | Pyridate         | 055512-33-9 | $C_{19}H_{23}ClN_2O_2S$   | 丙酮 |
| 92 | 氟胺氰菊酯 | Fluvalinate-tau  | 102851-06-9 | $C_{25}H_{22}ClF_3N_2O_3$ | 丙酮 |
| 93 | 溴氰菊酯  | Deltamethrin     | 052918-63-5 | $C_{22}H_{19}Br_2NO_3$    | 丙酮 |


**美析仪器**  
 MACY INSTRUMENT  
 专业光度计系列生产厂家  
 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

附 录 B  
(规范性附录)

水果和蔬菜中 107 种农药种类及配制溶剂

水果和蔬菜中 107 种农药种类及配制溶剂见表 B.1。

表 B.1 水果和蔬菜中 107 种农药种类及配制溶剂表

| 序号 | 中文名称   | 英文名称                    | 纯度/% | 溶剂   | 序号 | 中文名称  | 英文名称             | 纯度/% | 溶剂    |
|----|--------|-------------------------|------|------|----|-------|------------------|------|-------|
| 1  | 乙酰甲胺磷  | Acephate                | 98   | 丙酮   | 31 | 滴滴涕   | <i>o,p'</i> -DDT | 98.5 | 丙酮    |
| 2  | 甲草胺    | Alachlor                | 98.5 | 丙酮   | 32 | 滴滴涕   | <i>p,p'</i> -DDT | 97.8 | 丙酮    |
| 3  | 艾氏剂    | Aldrin                  | 98   | 丙酮   | 33 | 溴氰菊酯  | Deltamethrin     | 99   | 丙酮    |
| 4  | 恶虫威    | Bendiocarb              | 98   | 丙酮   | 34 | 甲基内吸磷 | Demeton-methyl   | 99   | 甲醇+丙酮 |
| 5  | 苯达松    | Bentazone               | 98   | 丙酮   | 35 | 二嗪磷   | Diazinon         | 99   | 丙酮    |
| 6  | 甲-六六六  | $\alpha$ -BHC           | 99   | 丙酮   | 36 | 苯氟磺胺  | Dichlofluanid    | 97.5 | 丙酮    |
| 7  | 乙-六六六  | $\beta$ -BHC            | 98   | 丙酮   | 37 | 敌敌畏   | Dichlorvos       | 99   | 丙酮    |
| 8  | 林丹     | Lindane( $\gamma$ -BHC) | 98   | 丙酮   | 38 | 三氯杀螨醇 | Dicofol          | 98   | 丙酮    |
| 9  | 丁-六六六  | $\delta$ -BHC           | 99   | 丙酮   | 39 | 狄氏剂   | Dieldrin         | 98   | 丙酮    |
| 10 | 甲羧除草醚  | Bifenox                 | 99.2 | 丙酮   | 40 | 敌粉威   | Diethofencarb    | 99   | 丙酮    |
| 11 | 双苯三唑醇  | Bitertanol              | 98.5 | 丙酮   | 41 | 恶醚唑   | Difenoconazole   | 99   | 丙酮    |
| 12 | 仲丁威    | Bpmc                    | 98   | 丙酮   | 42 | 敌茆氟芬  | Diflufenican     | 99.5 | 丙酮    |
| 13 | 丁胺磷    | Butamifos               | 97.5 | 丙酮   | 43 | 噻节因   | Dimethipin       | 98.5 | 丙酮    |
| 14 | 丁草特    | Butylate                | 96   | 丙酮   | 44 | 乐果    | Dimethoate       | 99   | 丙酮    |
| 15 | 敌菌丹    | Captafol                | 97   | 丙酮   | 45 | 甲基毒虫畏 | Dimethylvinphos  | 99   | 丙酮    |
| 16 | 克菌丹    | Captan                  | 99   | 丙酮   | 46 | 敌瘟磷   | Edifenphos       | 97   | 丙酮    |
| 17 | 甲萘威    | Carbaryl                | 98.5 | 丙酮   | 47 | 异狄氏剂  | Endrin           | 98   | 丙酮    |
| 18 | 灭螨猛    | Chinomethionat          | 99   | 苯+丙酮 | 48 | 苯硫磷   | EPN              | 99   | 丙酮    |
| 19 | 毒虫畏    | Chlorfenvinphos         | 98   | 丙酮   | 49 | 丙草丹   | EPTC             | 96.5 | 丙酮    |
| 20 | 乙酯杀螨醇  | Chlorobenzilate         | 99   | 丙酮   | 50 | 乙硫苯威  | Ethiofencarb     | 98   | 丙酮    |
| 21 | 氯苯胺灵   | Chlorpropham            | 98   | 丙酮   | 51 | 乙硫磷   | Ethion           | 96   | 丙酮    |
| 22 | 毒死蜱    | Chlorpyrifos            | 99.2 | 丙酮   | 52 | 丙线磷   | Ethoprophos      | 99   | 丙酮    |
| 23 | 瓜菊酯 I  | Cinerin I               | 90   | 丙酮   | 53 | 乙啶硫磷  | Etrifos          | 98   | 丙酮    |
| 24 | 瓜菊酯 II | Cinerin II              | 95.5 | 丙酮   | 54 | 氯苯嘧啶醇 | Fenarimol        | 99   | 丙酮    |
| 25 | 噻草酮    | Cycloxydim              | 91   | 丙酮   | 55 | 杀螟硫磷  | Fenitrothion     | 98.5 | 丙酮    |
| 26 | 氟氯氰菊酯  | Cyfluthrin              | 99.5 | 丙酮   | 56 | 丰索磷   | Fensulfothion    | 98   | 丙酮    |
| 27 | 灭百可    | Cypermethrin            | 91   | 丙酮   | 57 | 倍硫磷   | Fenthion         | 95.5 | 丙酮    |
| 28 | 环唑醇    | Cyproconazole           | 99.5 | 丙酮   | 58 | 氟戊菊酯  | Fenvalerate      | 99   | 丙酮    |
| 29 | 滴滴滴    | DDD                     | 99   | 丙酮   | 59 | 氟硅唑   | Flusilazole      | 99.5 | 丙酮    |
| 30 | 滴滴伊    | DDE                     | 98   | 丙酮   | 60 | 氟酰胺   | Flutolanil       | 98   | 丙酮    |

表 B.1 (续)

| 序号 | 中文名称    | 英文名称             | 纯度/% | 溶剂    | 序号  | 中文名称    | 英文名称              | 纯度/% | 溶剂       |
|----|---------|------------------|------|-------|-----|---------|-------------------|------|----------|
| 61 | 氟胺氰菊酯   | Fluvalinate      | 85   | 丙酮    | 85  | 稻丰散     | Phenthoate        | 98.5 | 丙酮       |
| 62 | 灭菌丹     | Folpet           | 98   | 丙酮    | 86  | 甲拌磷     | Phorate           | 94.5 | 丙酮       |
| 63 | 七氯      | Heptachlor       | 98   | 丙酮    | 87  | 抗蚜威     | Pirimicarb        | 99.5 | 丙酮       |
| 64 | 益灭菌唑    | Imazalil         | 97.5 | 丙酮    | 88  | 虫螨磷     | Pirimiphos-methyl | 99.5 | 丙酮       |
| 65 | 异菌脲     | Iprodione        | 99   | 丙酮    | 89  | 丙氯灵     | Prochloraz        | 97   | 丙酮       |
| 66 | 稻土磷     | Isofenphos       | 92   | 丙酮    | 90  | 氧环三宝    | Propiconazole     | 98.4 | 丙酮       |
| 67 | 异丙威     | Isoprocarb       | 98   | 丙酮    | 91  | 除虫菊酯 I  | Pyrethrin I       | 87.0 | 丙酮       |
| 68 | 茉莉菊酯 I  | Jasmolin I       | 97   | 丙酮    | 92  | 除虫菊酯 II | Pyrethrin II      | 87.0 | 丙酮       |
| 69 | 茉莉菊酯 II | Jasmolin II      | 98   | 丙酮    | 93  | 啉斑肟     | Pyrfenox          | 97.5 | 丙酮       |
| 70 | 马拉硫磷    | Malathion        | 99.5 | 丙酮    | 94  | 达螨酮     | Pyridaben         | 98   | 丙酮       |
| 71 | 甲胺磷     | Methamidophos    | 98   | 甲醇+丙酮 | 95  | 唑禾灵     | Quizalofop-ethyl  | 99   | 丙酮       |
| 72 | 杀扑磷     | Methidathion     | 99   | 丙酮    | 96  | 稀禾啉     | Sethoxydim        | 92   | 丙酮       |
| 73 | 灭梭威     | Methiocarb       | 99   | 丙酮    | 97  | 立克莠     | Tebuconazole      | 98   | 丙酮       |
| 74 | 异丙甲草胺   | Metolachlor      | 98   | 丙酮    | 98  | 特氯啉     | Terbacil          | 98   | 丙酮       |
| 75 | 噻草酮     | Metribuzin       | 99   | 丙酮    | 99  | 叔丁硫磷    | Terbufos          | 98   | 丙酮       |
| 76 | 灭克落     | Myclobutanil     | 98.5 | 丙酮    | 100 | 杀草丹     | Thiobencarb       | 98   | 丙酮       |
| 77 | 杀线威     | Oxamyl           | 98   | 丙酮    | 101 | 二甲硫吸磷   | Thiometon         | 91.0 | 丙酮       |
| 78 | 多效唑     | Paclobutrazol    | 99.5 | 丙酮    | 102 | 甲基托氯磷   | Tolclofos-methyl  | 98   | 丙酮       |
| 79 | 对硫磷     | Parathion        | 99   | 丙酮    | 103 | 三唑醇     | Triadimenol       | 98   | 二氯甲烷+正己烷 |
| 80 | 甲基对硫磷   | Parathion-methyl | 98.5 | 丙酮    | 104 | 敌百虫     | Trichlorfon       | 97.5 | 丙酮       |
| 81 | 五氯硝基苯   | PCNB             | 97.5 | 丙酮    | 105 | 特富灵     | Triflumizole      | 99   | 丙酮       |
| 82 | 配那唑     | Penconazole      | 99.5 | 丙酮    | 106 | 三氟草灵    | Trifluralin       | 99   | 丙酮       |
| 83 | 二甲戊乐灵   | Pendimethalin    | 99   | 丙酮    | 107 | 蚜灭多     | Vamidothion       | 97   | 丙酮       |
| 84 | 氯菊酯     | Permethrin       | 95.5 | 丙酮    |     |         |                   |      |          |

附录 C

(资料性附录)

水果和蔬菜中 211 种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收率范围、精密密度范围及定量限

C.1 A 组 水果和蔬菜中 118 种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收率范围、精密密度范围及定量限见表 C.1。

表 C.1 A 组 水果和蔬菜中 118 种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收率范围、精密密度范围及定量限(LOQ)

| 序号 | 农药名称  | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |               |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g}/\text{g}$ ) |
|----|-------|----------|--------------|--------|---------------|--------------------|--------------------------------------|------------|-------------|--------------|------------------------------------|
|    |       |          |              | 定量     | 定性            | 丰度比                |                                      |            |             |              |                                    |
| 1  | 敌敌畏   | 1        | 10.76        | 109    | 185, 220, 187 | 100 : 45 : 9 : 15  | 0.125~6.25                           | 0.999 1    | 71.2~108.2  | 5.19~20.41   | 0.01                               |
| 2  | 克百威   | 2        | 11.45        | 164    | 149, 131, 221 | 100 : 77 : 27 : 5  | 0.365~18.75                          | 0.993 4    | 57.2~88.6   | 5.88~18.01   | 0.10                               |
| 3  | 丙草丹   | 3        | 12.25        | 128    | 132, 189, 160 | 100 : 30 : 24 : 9  | 0.125~6.25                           | 0.997 6    | 59.0~78.0   | 5.27~10.66   | 0.04                               |
| 4  | 速灭磷   | 4        | 13.22        | 127    | 192, 193, 164 | 100 : 34 : 9 : 10  | 0.25~12.5                            | 0.998 9    | 75.2~111.0  | 4.05~14.32   | 0.05                               |
| 5  | 灭草敌   | 5        | 13.43        | 128    | 146, 203, 161 | 100 : 19 : 8 : 12  | 0.25~12.5                            | 0.997 9    | 62.7~82.5   | 4.57~11.28   | 0.01                               |
| 6  | 克草敌   | 6        | 13.60        | 128    | 161, 203, 132 | 100 : 17 : 16 : 14 | 0.25~12.5                            | 0.995 4    | 62.9~82.0   | 4.47~9.81    | 0.02                               |
| 7  | 甲萘威   | 7        | 14.20        | 144    | 145, 201, 115 | 100 : 12 : 5 : 48  | 0.365~18.75                          | 0.992 5    | 57.2~89.2   | 4.73~19.40   | 0.10                               |
| 8  | 禾草特   | 8        | 14.55        | 126    | 187, 158, 127 | 100 : 10 : 8 : 10  | 0.125~6.25                           | 0.995 4    | 71.0~110.9  | 8.73~18.89   | 0.02                               |
| 9  | 异丙威   | 9        | 14.59        | 121    | 136, 137, 122 | 100 : 26 : 5 : 9   | 0.125~6.25                           | 0.999 2    | 71.8~110.4  | 4.95~18.04   | 0.02                               |
| 10 | 仲丁威   | 10       | 15.44        | 121    | 150, 107, 122 | 100 : 5 : 8 : 9    | 0.125~6.25                           | 0.998 8    | 71.9~110.0  | 8.67~17.52   | 0.02                               |
| 11 | 残杀威   | 11       | 15.5         | 110    | 152, 111      | 100 : 17 : 7       | 0.125~6.25                           | 0.993 4    | 71.0~110.2  | 6.86~18.24   | 0.05                               |
| 12 | 甲基内吸磷 | 12       | 15.59        | 142    | 109, 143, 230 | 76 : 100 : 39 : 10 | 0.365~18.75                          | 0.997 6    | 82.7~127.5  | 7.20~20.47   | 0.05                               |
| 13 | 苯敌草   | 13       | 15.95        | 167    | 135, 122, 136 | 100 : 64 : 40 : 11 | 0.125~6.25                           | 0.998 7    | 58.0~78.0   | 4.50~10.44   | 0.02                               |
| 14 | 氯苯胺灵  | 14       | 16.00        | 213    | 171, 154, 215 | 100 : 61 : 60 : 32 | 0.125~6.25                           | 0.999 5    | 71.5~110.3  | 8.51~18.64   | 0.05                               |
| 15 | 百治磷   | 15       | 16.36        | 237    | 193, 192, 127 | 69 : 100 : 46 : 77 | 0.125~6.25                           | 0.998 1    | 72.0~109.8  | 7.09~13.25   | 0.05                               |
| 16 | 戊菌隆   | 16       | 16.50        | 209    | 180, 182, 166 | 26 : 100 : 29 : 20 | 0.125~6.25                           | 0.999 2    | 71.0~109.5  | 9.40~20.38   | 0.05                               |
| 17 | 甲拌磷   | 17       | 16.65        | 260    | 121, 131, 153 | 65 : 100 : 8 : 22  | 0.125~6.25                           | 0.999 0    | 71.8~109.0  | 7.16~14.14   | 0.05                               |

表 C.1 (续)

| 序号 | 农药名称  | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |             |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|----|-------|----------|--------------|--------|-------------|--------------------|-------------------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------------|
|    |       |          |              | 定量     | 定性          | 丰度比                |                               |            |             |             |                             |
| 18 | 甲基乙拌磷 | 18       | 16.96        | 246    | 158,185,217 | 100 : 64 : 32 : 16 | 0.5~25.0                      | 0.997 6    | 58.0~77.3   | 6.26~10.36  | 0.20                        |
| 19 | 氯硝胺   | 19       | 17.11        | 206    | 176,160,208 | 100 : 89 : 50 : 64 | 0.125~6.25                    | 0.997 1    | 71.0~110.4  | 8.42~17.00  | 0.05                        |
| 20 | 西玛津   | 20       | 17.35        | 201    | 186,173,203 | 100 : 64 : 46 : 33 | 0.5~25.0                      | 0.997 2    | 71.6~118.8  | 9.64~15.80  | 0.20                        |
| 21 | 丙硫克百威 | 21       | 17.44        | 164    | 149,131,221 | 100 : 56 : 15 : 7  | 0.125~6.25                    | 0.996 6    | 71.0~110.2  | 5.88~14.97  | 0.02                        |
| 22 | 噻节因   | 22       | 17.46        | 118    | 210,103,124 | 100 : 23 : 24 : 45 | 0.5~25.0                      | 0.995 4    | 76.4~111.0  | 5.80~14.97  | 0.20                        |
| 23 | 异恶草酮  | 23       | 17.62        | 204    | 138,205,127 | 100 : 6 : 39 : 14  | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 81.0~110.1  | 5.65~18.62  | 0.02                        |
| 24 | 林丹    | 24       | 17.80        | 183    | 219,254,221 | 100 : 48 : 15 : 48 | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 72.2~104.4  | 9.13~16.88  | 0.01                        |
| 25 | 五氯硝基苯 | 25       | 17.91        | 295    | 237,249,265 | 90 : 100 : 88 : 39 | 0.125~6.25                    | 0.998 7    | 81.2~110.2  | 4.32~20.46  | 0.05                        |
| 26 | 胺丙畏   | 26       | 18.03        | 236    | 194,138,222 | 31 : 49 : 100 : 24 | 0.125~6.25                    | 0.997 6    | 72.0~109.3  | 6.79~14.69  | 0.05                        |
| 27 | 拿草特   | 27       | 18.09        | 255    | 240,254,257 | 100 : 47 : 90 : 65 | 0.125~6.25                    | 0.998 7    | 72.0~107.3  | 8.83~18.39  | 0.05                        |
| 28 | 磷酸 I  | 28       | 18.47        | 264    | 227,193,265 | 100 : 22 : 23 : 15 | 0.5~25.0                      | 0.998 9    | 71.0~111.0  | 6.93~18.16  | 0.10                        |
| 29 | 乙拌磷   | 29       | 18.53        | 274    | 186,153,142 | 75 : 90 : 95 : 100 | 0.125~6.25                    | 0.999 2    | 73.1~109.3  | 8.99~19.22  | 0.02                        |
| 30 | 敌乐胺   | 30       | 18.71        | 305    | 261,322,307 | 100 : 27 : 6 : 37  | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 72.1~106.5  | 8.56~16.32  | 0.05                        |
| 31 | 七氟菊酯  | 31       | 18.84        | 177    | 197,161,199 | 100 : 27 : 4 : 9   | 0.125~6.25                    | 0.999 4    | 83.2~109.5  | 6.77~16.54  | 0.02                        |
| 32 | 乙噻硫磷  | 32       | 18.95        | 292    | 277,263,229 | 100 : 33 : 11 : 8  | 0.125~6.25                    | 0.996 5    | 73.3~110.6  | 6.34~19.75  | 0.05                        |
| 33 | 溴烯杀   | 33       | 19.10        | 359    | 357,394,272 | 100 : 99 : 15 : 37 | 0.125~6.25                    | 0.998 8    | 74.0~105.1  | 7.23~20.26  | 0.05                        |
| 34 | 敌稗    | 34       | 19.67        | 161    | 217,163     | 100 : 21 : 64      | 0.365~18.75                   | 0.999 0    | 72.7~127.7  | 6.56~14.76  | 0.20                        |
| 35 | 磷酸 II | 35       | 19.84        | 264    | 227,193,265 | 100 : 16 : 18 : 12 | 0.365~18.75                   | 0.995 4    | 7.31~108.2  | 5.78~18.37  | 0.10                        |
| 36 | 乙草胺   | 36       | 20.04        | 223    | 234,269,224 | 100 : 39 : 17 : 49 | 0.365~18.75                   | 0.997 1    | 72.4~110.8  | 9.99~17.71  | 0.10                        |
| 37 | 甲基对硫磷 | 37       | 20.06        | 263    | 233,246,200 | 100 : 10 : 8 : 9   | 0.365~18.75                   | 0.996 7    | 71.0~111.0  | 5.90~15.11  | 0.10                        |
| 38 | 甲基立枯磷 | 38       | 20.26        | 265    | 267,250,266 | 100 : 37 : 11 : 11 | 0.125~6.25                    | 0.998 9    | 72.8~110.8  | 7.21~19.02  | 0.02                        |
| 39 | 甲草胺   | 39       | 20.36        | 188    | 237,269     | 100 : 32 : 12      | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 73.1~109.6  | 8.14~20.74  | 0.01                        |

表 C.1 (续)

| 序号 | 农药名称  | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |             |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|----|-------|----------|--------------|--------|-------------|--------------------|-------------------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------------|
|    |       |          |              | 定量     | 定性          | 丰度比                |                               |            |             |             |                             |
| 40 | 溴灭净   | 40       | 20.45        | 227    | 212、185、170 | 100 : 58 : 20 : 28 | 0.125~6.25                    | 0.999 3    | 71.1~110.8  | 8.27~20.47  | 0.05                        |
| 41 | 扑草净   | 41       | 20.61        | 241    | 184、226     | 100 : 71 : 55      | 0.125~6.25                    | 0.997 7    | 80.7~108.3  | 9.65~17.29  | 0.05                        |
| 42 | 甲霜灵   | 42       | 20.62        | 206    | 249、234     | 100 : 61 : 43      | 0.125~6.25                    | 0.998 5    | 73.2~110.8  | 5.22~14.21  | 0.02                        |
| 43 | 皮蝇磷   | 43       | 20.64        | 285    | 287、289     | 100 : 73 : 16      | 0.125~6.25                    | 0.999 5    | 81.5~108.5  | 6.45~20.31  | 0.01                        |
| 44 | 特丁净   | 44       | 21.12        | 226    | 241、185、170 | 100 : 63 : 72 : 52 | 0.125~6.25                    | 0.997 8    | 74.9~110.4  | 7.58~15.40  | 0.05                        |
| 45 | 灭虫威   | 45       | 21.20        | 168    | 153、109、225 | 100 : 63 : 18 : 12 | 0.365~18.75                   | 0.995 9    | 72.2~127.3  | 4.45~18.59  | 0.10                        |
| 46 | 蔬菜灭   | 46       | 21.34        | 239    | 197、143、241 | 50 : 34 : 100 : 14 | 0.125~6.25                    | 0.996 6    | 72.2~110.8  | 6.34~15.67  | 0.10                        |
| 47 | 禾草丹   | 47       | 21.64        | 100    | 257、259、125 | 100 : 24 : 9 : 27  | 0.125~6.25                    | 0.995 4    | 85.7~110.9  | 7.54~18.70  | 0.02                        |
| 48 | 马拉硫磷  | 48       | 21.72        | 173    | 158、143、256 | 100 : 41 : 20 : 9  | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 71.1~110.2  | 5.59~17.53  | 0.05                        |
| 49 | 乙霉威   | 49       | 21.97        | 267    | 225、196、168 | 100 : 91 : 63 : 66 | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 71.0~117.7  | 7.60~19.53  | 0.05                        |
| 50 | 甲基毒虫畏 | 50       | 22.06        | 295    | 297、204、170 | 100 : 65 : 9 : 7   | 0.125~6.25                    | 0.997 6    | 71.8~111.9  | 6.49~19.42  | 0.05                        |
| 51 | 毒死蜱   | 51       | 22.12        | 316    | 258、286、314 | 100 : 92 : 64 : 2  | 0.125~6.25                    | 0.998 7    | 71.7~109.4  | 8.55~14.47  | 0.01                        |
| 52 | 水胺硫磷  | 52       | 22.50        | 136    | 230、289     | 100 : 63 : 62      | 0.625~31.25                   | 0.998 9    | 70.8~116.7  | 9.71~18.45  | 0.20                        |
| 53 | 灭草松   | 53       | 22.65        | 198    | 225、240、182 | 100 : 25 : 6 : 25  | 0.125~6.25                    | 0.999 2    | 71.1~102.2  | 6.82~17.37  | 0.05                        |
| 54 | 甲基溴硫磷 | 54       | 22.81        | 331    | 329、213、316 | 100 : 73 : 6 : 5   | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 85.7~110.7  | 6.93~17.24  | 0.02                        |
| 55 | 乙基嘧啶磷 | 55       | 23.21        | 333    | 318、304、290 | 100 : 99 : 73 : 26 | 0.125~6.25                    | 0.999 4    | 71.1~104.2  | 7.57~24.56  | 0.02                        |
| 56 | 敌菌灵   | 56       | 23.50        | 239    | 241、178、274 | 100 : 65 : 36 : 10 | 0.125~6.25                    | 0.996 5    | 71.0~107.7  | 6.23~22.79  | 0.02                        |
| 57 | 戊菌唑   | 57       | 23.53        | 248    | 250、161、213 | 100 : 33 : 55 : 10 | 0.125~6.25                    | 0.998 8    | 78.8~101.9  | 6.03~17.22  | 0.02                        |
| 58 | 噻菌灵   | 58       | 23.53        | 174    | 202、175     | 100 : 22 : 14      | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 56.1~79.3   | 6.11~16.32  | 0.02                        |
| 59 | 毒虫畏   | 59       | 24.02        | 267    | 323、295、269 | 100 : 68 : 25 : 65 | 0.125~6.25                    | 0.995 4    | 77.8~106.7  | 8.11~19.11  | 0.02                        |
| 60 | 三唑醇   | 60       | 24.06        | 112    | 168、130     | 100 : 63 : 19      | 0.125~6.25                    | 0.997 1    | 52.9~78.3   | 5.32~21.45  | 0.05                        |
| 61 | 唑硫磷   | 61       | 24.09        | 298    | 146、157     | 22 : 100 : 64      | 0.125~6.25                    | 0.996 7    | 71.8~114.9  | 7.02~16.99  | 0.01                        |

表 C.1 (续)

| 序号 | 农药名称             | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子      |                    |     | 线性范围/<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|----|------------------|----------|--------------|-------------|--------------------|-----|-------------------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------------|
|    |                  |          |              | 定性          | 丰度比                | 定量  |                               |            |             |             |                             |
| 62 | 反丙烯除虫菊酯          | 62       | 24.20        | 136,107,124 | 100 : 24 : 23 : 11 | 123 | 0.125~6.25                    | 0.998 9    | 75.7~109.1  | 7.45~19.36  | 0.02                        |
| 63 | 氯杀螨              | 63       | 24.31        | 270,143,272 | 100 : 70 : 23 : 14 | 268 | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 70.8~116.9  | 5.00~24.19  | 0.10                        |
| 64 | 灭螨猛              | 64       | 24.41        | 206,174,148 | 87 : 100 : 24 : 25 | 234 | 0.125~6.25                    | 0.999 3    | 77.2~116.1  | 7.33~19.01  | 0.05                        |
| 65 | 抗倒胺              | 65       | 24.53        | 278,235,221 | 100 : 38 : 40 : 50 | 191 | 0.125~6.25                    | 0.997 7    | 80.8~104.3  | 6.66~17.32  | 0.10                        |
| 66 | 杀扑磷              | 66       | 24.71        | 157,302,146 | 100 : 2 : 4 : 6    | 145 | 0.365~18.75                   | 0.998 5    | 72.9~115.4  | 5.45~14.39  | 0.05                        |
| 67 | <i>o,p'</i> -滴滴伊 | 67       | 24.86        | 318,176,248 | 100 : 38 : 23 : 66 | 246 | 0.125~6.25                    | 0.999 5    | 72.2~99.3   | 8.77~16.99  | 0.02                        |
| 68 | $\alpha$ -硫丹     | 68       | 25.05        | 265,339,323 | 100 : 69 : 50 : 41 | 241 | 0.125~6.25                    | 0.997 8    | 75.2~109.1  | 5.87~21.01  | 0.05                        |
| 69 | 杀虫畏              | 69       | 25.26        | 331,333,240 | 100 : 98 : 32 : 9  | 329 | 0.125~6.25                    | 0.995 9    | 85.7~120.4  | 7.56~16.66  | 0.05                        |
| 70 | 定虫隆              | 70       | 25.77        | 323,356     | 100 : 66 : 8       | 321 | 0.5~25.0                      | 0.999 1    | 54.7~79.8   | 6.01~19.76  | 0.50                        |
| 71 | 碘硫磷              | 71       | 25.94        | 288,260     | 100 : 28 : 44      | 303 | 0.365~18.75                   | 0.996 6    | 71.0~107.6  | 6.57~18.61  | 0.20                        |
| 72 | 灭线磷              | 72       | 25.95        | 379,250,362 | 100 : 38 : 5 : 4   | 377 | 0.125~6.25                    | 0.998 9    | 71.8~111.7  | 7.22~16.33  | 0.01                        |
| 73 | 氟酰胺              | 73       | 26.13        | 145,323,281 | 100 : 41 : 51 : 5  | 173 | 0.5~25.0                      | 0.996 7    | 71.7~109.8  | 7.45~17.44  | 0.20                        |
| 74 | 丙溴磷              | 74       | 26.28        | 374,297     | 100 : 51 : 40      | 339 | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 70.8~116.7  | 8.58~20.04  | 0.05                        |
| 75 | 狄氏剂              | 75       | 26.28        | 277,380,345 | 100 : 79 : 38 : 37 | 263 | 0.125~6.25                    | 0.997 6    | 71.3~99.4   | 6.45~19.95  | 0.10                        |
| 76 | <i>p,p'</i> -滴滴伊 | 76       | 26.41        | 316,246,248 | 86 : 67 : 100 : 66 | 318 | 0.125~6.25                    | 0.994 5    | 85.6~113.0  | 7.34~14.76  | 0.02                        |
| 77 | 丙草胺              | 77       | 26.50        | 238,262,225 | 100 : 68 : 24 : 21 | 162 | 0.125~6.25                    | 0.996 7    | 71.7~104.1  | 4.22~16.33  | 0.10                        |
| 78 | 萎锈灵              | 78       | 26.73        | 235,144,115 | 100 : 54 : 10 : 9  | 143 | 0.365~18.75                   | 0.997 8    | 81.8~107.5  | 6.45~18.24  | 0.20                        |
| 79 | <i>o,p'</i> -滴滴滴 | 79       | 26.81        | 237,165,199 | 100 : 64 : 41 : 16 | 235 | 0.125~6.25                    | 0.994 9    | 78.2~101.6  | 4.58~17.26  | 0.02                        |
| 80 | 噻嗪酮              | 80       | 27.02        | 172,305,249 | 100 : 55 : 22 : 12 | 105 | 0.125~6.25                    | 0.995 0    | 71.3~109.3  | 5.45~20.28  | 0.02                        |
| 81 | 氟硅唑              | 81       | 27.04        | 206,315,300 | 100 : 33 : 11 : 5  | 233 | 0.125~6.25                    | 0.997 9    | 77.6~106.2  | 5.34~18.54  | 0.05                        |
| 82 | 苯氧菊酯             | 82       | 27.33        | 206,131     | 100 : 70 : 56      | 116 | 0.125~6.25                    | 0.998 7    | 73.5~107.9  | 7.45~24.45  | 0.05                        |
| 83 | 环丙唑醇             | 83       | 27.49        | 224,223     | 100 : 34 : 12      | 222 | 0.125~6.25                    | 0.998 6    | 81.5~114.8  | 8.58~22.67  | 0.01                        |

表 C.1 (续)

| 序号  | 农药名称         | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |               |                      | 线性范围/<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|-----|--------------|----------|--------------|--------|---------------|----------------------|-------------------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------------|
|     |              |          |              | 定量     | 定性            | 丰度比                  |                               |            |             |             |                             |
| 84  | 乐杀磷          | 84       | 27.80        | 83     | 210, 84, 245  | 100 : 3 : 5 : 8      | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 75.4~109.2  | 5.45~16.76  | 0.05                        |
| 85  | $\beta$ -硫丹  | 85       | 27.83        | 241    | 265, 339, 323 | 100 : 6 : 55 : 16    | 0.125~6.25                    | 0.999 2    | 70.4~116.1  | 4.34~19.77  | 0.05                        |
| 86  | $p, p'$ -滴滴涕 | 86       | 28.50        | 235    | 237, 199, 165 | 100 : 65 : 12 : 38   | 0.125~6.25                    | 0.998 2    | 76.2~116.2  | 5.45~17.34  | 0.02                        |
| 87  | 恶霜灵          | 87       | 28.77        | 163    | 233, 278, 250 | 100 : 24 : 14 : 12   | 0.125~6.25                    | 0.999 3    | 72.8~104.2  | 4.76~15.22  | 0.05                        |
| 88  | 甲基吡恶磷        | 88       | 29.61        | 326    | 215, 217, 324 | 100 : 2 : 3 : 2      | 0.365~18.75                   | 0.997 8    | 80.9~115.3  | 6.39~19.08  | 0.20                        |
| 89  | 三硫磷          | 89       | 29.84        | 157    | 342, 296      | 100 : 44 : 6         | 0.125~6.25                    | 0.993 8    | 80.2~99.4   | 7.29~19.56  | 0.10                        |
| 90  | 敌瘟磷          | 90       | 30.00        | 310    | 173, 201, 218 | 57 : 100 : 58 : 28   | 0.125~6.25                    | 0.997 9    | 77.2~109.5  | 6.39~20.05  | 0.05                        |
| 91  | 氟菌唑          | 91       | 30.29        | 312    | 330, 340, 376 | 100 : 36 : 70 : 36   | 0.125~6.25                    | 0.998 9    | 81.7~120.5  | 5.49~20.44  | 0.05                        |
| 92  | 环噻酮          | 92       | 31.02        | 171    | 252, 128, 172 | 100 : 4 : 13 : 8     | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 72.1~105.6  | 8.45~20.66  | 0.05                        |
| 93  | 克螨特          | 94       | 31.55        | 135    | 350, 173      | 100 : 8 : 23         | 0.5~25.0                      | 0.995 9    | 73.0~107.2  | 5.46~16.42  | 0.50                        |
| 94  | 顺式-灭虫菊酯      | 95       | 31.75        | 171    | 143, 338      | 100 : 65 : 10        | 0.125~6.25                    | 0.998 1    | 73.8~111.1  | 7.47~18.89  | 0.05                        |
| 95  | 反式-灭虫菊酯      | 96       | 32.10        | 171    | 143, 338      | 100 : 65 : 10        | 0.125~6.25                    | 0.998 4    | 74.7~109.1  | 6.67~23.39  | 0.05                        |
| 96  | 异狄氏剂(酮)      | 97       | 32.30        | 317    | 345, 281, 309 | 100 : 24 : 34 : 9    | 0.125~6.25                    | 0.997 9    | 80.8~116.5  | 6.92~21.40  | 0.02                        |
| 97  | 异菌脲          | 98       | 32.85        | 314    | 316, 245, 271 | 100 : 64 : 19 : 9    | 0.125~6.25                    | 0.997 0    | 77.3~103.5  | 7.75~17.48  | 0.05                        |
| 98  | 溴螨酯          | 99       | 33.12        | 341    | 183, 339, 343 | 100 : 42 : 52 : 49   | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 80.6~113.8  | 5.36~18.07  | 0.02                        |
| 99  | 苯硫磷          | 100      | 33.19        | 157    | 169, 323, 185 | 100 : 47 : 21 : 92   | 0.125~6.25                    | 0.998 6    | 79.7~104.0  | 7.12~18.03  | 0.02                        |
| 100 | 甲氰菊酯         | 101      | 33.95        | 265    | 181, 349, 334 | 41 : 100 : 11 : 4    | 0.125~6.25                    | 0.998 5    | 78.8~107.9  | 5.89~19.17  | 0.02                        |
| 101 | 吡螨胺          | 102      | 34.10        | 318    | 333, 276, 298 | 100 : 77 : 45 : 7    | 0.125~6.25                    | 0.996 3    | 76.2~121.9  | 6.99~18.16  | 0.02                        |
| 102 | 三氯杀螨砒        | 103      | 34.53        | 356    | 227, 229, 159 | 100 : 99 : 100 : 159 | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 74.3~109.3  | 4.50~18.39  | 0.02                        |
| 103 | 保棉磷          | 104      | 34.96        | 160    | 132, 77, 161  | 100 : 80 : 73 : 11   | 0.365~18.75                   | 0.998 1    | 73.6~106.3  | 4.30~16.26  | 0.10                        |
| 104 | 伏杀硫磷         | 105      | 35.10        | 182    | 367, 154, 369 | 100 : 14 : 21 : 14   | 0.125~6.25                    | 0.998 8    | 73.5~117.9  | 7.02~19.25  | 0.10                        |
| 105 | 灭蚁灵          | 106      | 35.13        | 272    | 237, 274      | 100 : 50 : 80        | 0.125~6.25                    | 0.999 2    | 81.5~114.8  | 8.03~19.61  | 0.02                        |

表 C.1 (续)

| 序号  | 农药名称     | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |             |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|-----|----------|----------|--------------|--------|-------------|--------------------|-------------------------------|------------|-------------|--------------|-----------------------------|
|     |          |          |              | 定量     | 定性          | 丰度比                |                               |            |             |              |                             |
| 106 | 双苯醚砞     | 107      | 36.16        | 278    | 207,193     | 100 : 34 : 56      | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 75.4~109.2  | 6.07~17.89   | 0.10                        |
| 107 | 氯氟菊酯     | 108      | 36.80        | 181    | 197,141     | 100 : 80 : 22      | 0.125~6.25                    | 0.996 9    | 70.4~116.1  | 4.88~17.99   | 0.02                        |
| 108 | 吡啶磷      | 109      | 37.28        | 221    | 232,373     | 100 : 36 : 22      | 0.125~6.25                    | 0.997 7    | 77.3~109.2  | 7.12~17.78   | 0.05                        |
| 109 | 氟丙菊酯     | 110      | 37.61        | 181    | 289,247,208 | 100 : 39 : 14 : 63 | 0.125~6.25                    | 0.997 1    | 58.9~81.4   | 4.98~17.34   | 0.05                        |
| 110 | 联苯三唑醇    | 111      | 38.24        | 170    | 112,141,152 | 100 : 11 : 13 : 9  | 0.5~25.0                      | 0.995 2    | 73.6~107.8  | 6.50~17.28   | 0.30                        |
| 111 | 吡啶灵      | 112      | 38.92        | 147    | 117,364,309 | 100 : 12 : 9 : 9   | 0.125~6.25                    | 0.995 0    | 81.6~114.7  | 5.99~18.23   | 0.02                        |
| 112 | 丙氧灵      | 113      | 39.38        | 180    | 308,266,310 | 100 : 52 : 19 : 49 | 0.125~6.25                    | 0.996 7    | 75.5~109.5  | 8.77~17.54   | 0.05                        |
| 113 | 氟氯菊酯 I   | 114      | 40.64        | 199    | 225,181,157 | 100 : 6 : 4 : 4    | 0.125~6.25                    | 0.995 2    | 79.1~112.5  | 7.98~19.44   | 0.05                        |
|     | 氟氯菊酯 II  | 115      | 40.97        | 199    | 225,181,157 | 100 : 6 : 3 : 4    |                               |            |             |              |                             |
|     | 氟氯菊酯 III | 116      | 41.18        | 199    | 225,181,157 | 100 : 5 : 3 : 4    |                               |            |             |              |                             |
|     | 氟氯菊酯 IV  | 117      | 41.33        | 199    | 225,181,157 | 100 : 6 : 4 : 5    |                               |            |             |              |                             |
| 114 | 氯菊酯 I    | 118      | 41.56        | 181    | 152,180     | 100 : 16 : 19      | 0.125~6.25                    | 0.997 9    | 78.1~113.4  | 7.33~18.21   | 0.05                        |
|     | 氯菊酯 II   | 119      | 41.96        | 181    | 152,180     | 100 : 16 : 19      |                               |            |             |              |                             |
|     | 氯菊酯 III  | 120      | 42.10        | 181    | 152,180     | 100 : 17 : 20      |                               |            |             |              |                             |
|     | 氯菊酯 IV   | 121      | 42.25        | 181    | 152,180     | 100 : 17 : 19      |                               |            |             |              |                             |
| 115 | 氟氯戊菊酯 I  | 122      | 42.30        | 199    | 157,225     | 100 : 62 : 19      | 0.125~6.25                    | 0.997 5    | 82.3~118.4  | 7.98~19.00   | 0.05                        |
|     | 氟氯戊菊酯 II | 123      | 42.93        | 199    | 157,225     | 100 : 65 : 20      |                               |            |             |              |                             |
| 116 | 氟戊菊酯 I   | 124      | 44.29        | 167    | 225,152,209 | 100 : 49 : 54 : 18 | 0.125~6.25                    | 0.998 9    | 81.6~117.3  | 8.01~18.45   | 0.02                        |
|     | 氟戊菊酯 II  | 125      | 44.95        | 167    | 225,152,209 | 100 : 51 : 48 : 28 |                               |            |             |              |                             |
| 117 | 苯醚甲环唑 I  | 126      | 45.44        | 323    | 265,325,267 | 100 : 87 : 67 : 59 | 0.125~6.25                    | 0.998 1    | 73.7~104.2  | 6.57~18.02   | 0.02                        |
|     | 苯醚甲环唑 II | 127      | 45.64        | 323    | 265,325,267 | 100 : 88 : 68 : 60 |                               |            |             |              |                             |
| 118 | 四溴菊酯     | 128      | 46.60        | 181    | 172,174,152 | 100 : 28 : 26 : 15 | 0.125~6.25                    | 0.999 2    | 73.8~114.5  | 4.99~18.45   | 0.05                        |

C.2 B组 水果和蔬菜中93种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收率范围、精密密度范围及定量限见表C.2。

表 C.2 B组 水果和蔬菜中93种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收率范围、精密密度范围及定量限(LOQ)

| 序号 | 农药名称          | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |             |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g}/\text{g}$ ) |
|----|---------------|----------|--------------|--------|-------------|--------------------|--------------------------------------|------------|-------------|--------------|------------------------------------|
|    |               |          |              | 定量     | 定性          | 丰度比                |                                      |            |             |              |                                    |
| 1  | 甲胺磷           | 1        | 10.41        | 94     | 111、126、141 | 100 : 10 : 10 : 72 | 0.365~18.75                          | 0.995 4    | 57.0~89.9   | 6.44~20.47   | 0.10                               |
| 2  | 恶虫威           | 2        | 11.08        | 151    | 166、126、108 | 100 : 77 : 64 : 8  | 0.365~18.75                          | 0.998 9    | 58.0~87.7   | 7.64~19.10   | 0.05                               |
| 3  | 丁草敌           | 3        | 13.22        | 156    | 146、217、188 | 89 : 100 : 22 : 6  | 0.125~6.25                           | 0.998 7    | 58.0~77.7   | 4.79~12.32   | 0.01                               |
| 4  | 乙酰甲胺磷         | 4        | 13.34        | 136    | 125、181、183 | 100 : 37 : 2 : 15  | 0.5~25.0                             | 0.998 0    | 71.0~116.4  | 7.10~15.76   | 0.05                               |
| 5  | 苯胺灵           | 5        | 13.55        | 179    | 137、120、119 | 100 : 70 : 47 : 17 | 0.125~6.25                           | 0.999 1    | 70.0~111.4  | 6.30~17.76   | 0.05                               |
| 6  | 特普            | 6        | 14.97        | 263    | 235、246、219 | 100 : 69 : 10 : 16 | 0.5~25.0                             | 0.997 8    | 70.2~117.2  | 8.82~20.46   | 0.10                               |
| 7  | 氧乐果           | 7        | 15.26        | 156    | 110、126、141 | 100 : 84 : 13 : 11 | 0.5~25.0                             | 0.995 6    | 70.8~112.3  | 8.80~17.47   | 0.10                               |
| 8  | 四氯硝基苯         | 8        | 15.40        | 261    | 203、215、231 | 78 : 100 : 84 : 21 | 0.125~6.25                           | 0.999 4    | 78.0~110.4  | 6.88~16.37   | 0.05                               |
| 9  | 毒草胺           | 9        | 15.50        | 120    | 176、211、196 | 100 : 39 : 8 : 11  | 0.125~6.25                           | 0.996 5    | 70.0~110.3  | 4.76~14.93   | 0.02                               |
| 10 | 百草敌           | 10       | 15.94        | 220    | 203、173、222 | 77 : 38 : 100 : 19 | 0.5~25.0                             | 0.998 6    | 70.6~110.8  | 8.78~17.82   | 0.20                               |
| 11 | 二溴磷           | 11       | 16.12        | 301    | 145、185、220 | 11 : 75 : 100 : 19 | 0.365~18.75                          | 0.998 1    | 72.0~126.7  | 13.89~23.03  | 0.05                               |
| 12 | 久效磷           | 12       | 16.36        | 127    | 192、109、223 | 100 : 2 : 37 : 47  | 0.365~18.75                          | 0.996 2    | 60.2~79.0   | 4.83~15.84   | 0.10                               |
| 13 | 氟乐灵           | 13       | 16.4         | 306    | 264、335     | 100 : 74 : 9       | 0.125~6.25                           | 0.997 2    | 69.0~111.4  | 7.73~14.87   | 0.05                               |
| 14 | $\alpha$ -六六六 | 14       | 16.77        | 219    | 183、221、254 | 100 : 99 : 48 : 5  | 0.125~6.25                           | 0.999 2    | 82.0~110.9  | 6.25~17.17   | 0.01                               |
| 15 | 六氯苯           | 15       | 17.00        | 284    | 286、282、249 | 100 : 78 : 53 : 27 | 0.125~6.25                           | 0.999 1    | 82.3~111.3  | 4.81~15.07   | 0.02                               |
| 16 | 乐果            | 16       | 17.16        | 229    | 143、157、171 | 100 : 94 : 36 : 19 | 0.125~6.25                           | 0.994 5    | 71.3~111.2  | 7.95~15.29   | 0.05                               |
| 17 | 氟草灵           | 17       | 17.48        | 223    | 153、171、164 | 100 : 53 : 53 : 78 | 0.125~6.25                           | 0.996 1    | 69.7~106.3  | 8.67~17.57   | 0.05                               |
| 18 | 莠去津           | 18       | 17.57        | 200    | 215、173、202 | 100 : 60 : 26 : 32 | 0.125~6.25                           | 0.997 7    | 73.9~109.8  | 7.95~14.92   | 0.02                               |
| 19 | 扑灭津           | 19       | 17.70        | 214    | 229、172、187 | 100 : 70 : 47 : 27 | 0.125~6.25                           | 0.996 6    | 70.4~111.6  | 8.16~15.72   | 0.02                               |
| 20 | 敌杀磷           | 20       | 17.85        | 270    | 197、169、153 | 100 : 38 : 18 : 36 | 0.125~6.25                           | 0.997 4    | 71.2~110.1  | 7.13~16.63   | 0.05                               |
| 21 | 特丁磷           | 21       | 18.01        | 231    | 153、288、186 | 100 : 25 : 11 : 14 | 0.125~6.25                           | 0.997 1    | 70.4~111.3  | 9.76~18.30   | 0.05                               |

表 C.2 (续)

| 序号 | 农药名称          | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |             |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|----|---------------|----------|--------------|--------|-------------|--------------------|-------------------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------------|
|    |               |          |              | 定量     | 定性          | 丰度比                |                               |            |             |             |                             |
| 22 | 地虫硫磷          | 22       | 18.09        | 246    | 137,174,202 | 100 : 83 : 11 : 7  | 0.125~6.25                    | 0.998 3    | 72.0~110.7  | 6.53~18.08  | 0.05                        |
| 23 | 二嗪磷           | 23       | 18.45        | 304    | 179,137,276 | 52 : 100 : 96 : 25 | 0.125~6.25                    | 0.994 1    | 71.2~107.2  | 7.09~12.21  | 0.02                        |
| 24 | $\delta$ -六六六 | 24       | 18.61        | 219    | 217,181,254 | 98 : 78 : 100 : 10 | 0.125~6.25                    | 0.997 2    | 82.1~101.3  | 7.46~14.60  | 0.01                        |
| 25 | 特草定           | 25       | 18.71        | 161    | 160,163,117 | 100 : 73 : 33 : 36 | 0.125~6.25                    | 0.995 4    | 70.4~117.6  | 7.41~22.86  | 0.04                        |
| 26 | 百菌清           | 26       | 18.77        | 266    | 264,268,229 | 100 : 78 : 49 : 11 | 0.125~6.25                    | 0.998 1    | 72.3~108.2  | 8.12~13.64  | 0.02                        |
| 27 | 野麦畏           | 27       | 18.86        | 268    | 270,143,145 | 100 : 69 : 28 : 27 | 0.125~6.25                    | 0.997 1    | 70.2~112.0  | 8.74~20.47  | 0.02                        |
| 28 | 苯虫威           | 28       | 19.36        | 107    | 168,139,225 | 100 : 35 : 4 : 3   | 0.125~6.25                    | 0.999 6    | 71.1~96.1   | 6.45~16.08  | 0.02                        |
| 29 | 除线磷           | 29       | 19.76        | 279    | 223,251,281 | 100 : 80 : 39 : 38 | 0.125~6.25                    | 0.997 6    | 70.4~111.9  | 7.21~17.33  | 0.02                        |
| 30 | 赛克津           | 30       | 20.06        | 198    | 199,144,214 | 100 : 16 : 4 : 68  | 0.125~6.25                    | 0.997 7    | 70.7~110.8  | 7.62~17.65  | 0.02                        |
| 31 | 乙烯菌核利         | 31       | 20.06        | 285    | 212,198,287 | 96 : 100 : 89 : 62 | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 73.0~124.9  | 5.14~18.33  | 0.02                        |
| 32 | 甲基毒死蜱         | 32       | 20.07        | 286    | 288,197     | 100 : 73 : 6       | 0.125~6.25                    | 0.998 5    | 70.4~111.5  | 4.85~14.88  | 0.01                        |
| 33 | 七氯            | 33       | 20.31        | 272    | 237,337,372 | 100 : 39 : 29 : 12 | 0.125~6.25                    | 0.998 8    | 83.2~104.9  | 4.19~15.68  | 0.01                        |
| 34 | 乙基对氧磷         | 34       | 20.66        | 275    | 220,247,232 | 100 : 68 : 75 : 56 | 0.365~18.75                   | 0.996 9    | 77.1~109.2  | 6.76~23.91  | 0.05                        |
| 35 | 枫吸磷           | 35       | 20.91        | 169    | 109,125,142 | 100 : 54 : 30 : 10 | 0.365~18.75                   | 0.997 2    | 75.6~111.7  | 10.54~23.25 | 0.05                        |
| 36 | 杀螟硫磷          | 36       | 21.23        | 277    | 260,247,214 | 100 : 60 : 7 : 8   | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 78.6~107.0  | 6.94~19.22  | 0.05                        |
| 37 | 甲基嘧啶磷         | 37       | 21.36        | 290    | 276,305,262 | 100 : 80 : 75 : 25 | 0.125~6.25                    | 0.995 5    | 74.1~98.5   | 6.10~15.35  | 0.02                        |
| 38 | 抑菌磷           | 38       | 21.52        | 224    | 226,167,332 | 95 : 65 : 100 : 14 | 0.125~6.25                    | 0.998 9    | 72.1~103.5  | 6.46~16.23  | 0.05                        |
| 39 | 艾氏剂           | 39       | 21.69        | 263    | 265,293,329 | 100 : 67 : 39 : 9  | 0.125~6.25                    | 0.998 5    | 77.8~109.1  | 6.83~15.53  | 0.02                        |
| 40 | 异丙甲草胺         | 40       | 21.95        | 238    | 162,240,211 | 61 : 100 : 20 : 10 | 0.125~6.25                    | 0.998 2    | 75.2~118.6  | 9.54~18.54  | 0.01                        |
| 41 | 倍硫磷           | 41       | 22.05        | 278    | 169,153,263 | 100 : 15 : 9 : 6   | 0.125~6.25                    | 0.998 0    | 76.8~116.2  | 6.31~15.88  | 0.02                        |
| 42 | 三氯杀螨醇         | 42       | 22.17        | 139    | 141,250,291 | 100 : 26 : 20 : 16 | 0.125~6.25                    | 0.999 2    | 76.5~107.2  | 5.28~15.70  | 0.02                        |
| 43 | 对硫磷           | 43       | 22.19        | 291    | 186,235,218 | 100 : 14 : 14 : 8  | 0.125~6.25                    | 0.998 3    | 71.5~114.1  | 5.26~15.16  | 0.02                        |

表 C.2 (续)

| 序号 | 农药名称 | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |               |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|----|------|----------|--------------|--------|---------------|--------------------|-------------------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------------|
|    |      |          |              | 定量     | 定性            | 丰度比                |                               |            |             |             |                             |
| 44 | 三唑酮  | 44       | 22.30        | 208    | 210, 181, 293 | 100 : 33 : 33 : 8  | 0.125~6.25                    | 0.997 2    | 75.6~106.9  | 5.14~17.82  | 0.05                        |
| 45 | 毒壤磷  | 45       | 22.65        | 269    | 109, 271, 297 | 49 : 100 : 50 : 82 | 0.125~6.25                    | 0.997 8    | 71.9~107.1  | 6.99~17.66  | 0.05                        |
| 46 | 异艾氏剂 | 46       | 22.90        | 329    | 255, 220      | 89 : 89 : 100      | 0.125~6.25                    | 0.998 2    | 80.4~109.2  | 5.63~17.51  | 0.10                        |
| 47 | 胺硝草  | 47       | 23.55        | 252    | 220, 281, 192 | 100 : 5 : 13 : 8   | 0.125~6.25                    | 0.997 6    | 74.1~116.9  | 8.42~12.91  | 0.05                        |
| 48 | 环氧七氟 | 48       | 23.75        | 353    | 355, 351      | 100 : 80 : 54      | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 80.3~101.5  | 6.40~17.77  | 0.05                        |
| 49 | 棉胺磷  | 49       | 23.78        | 255    | 227, 196      | 100 : 26 : 7       | 0.125~6.25                    | 0.999 2    | 75.2~100.1  | 9.66~19.62  | 0.05                        |
| 50 | 地安磷  | 50       | 24.02        | 196    | 227, 269, 168 | 100 : 57 : 18 : 58 | 0.125~6.25                    | 0.998 1    | 73.4~112.5  | 5.65~17.54  | 0.10                        |
| 51 | 丙胺磷  | 51       | 24.05        | 213    | 255, 185, 245 | 100 : 42 : 42 : 16 | 0.125~6.25                    | 0.996 5    | 72.7~108.5  | 4.61~19.56  | 0.02                        |
| 52 | 灭蚜磷  | 52       | 24.15        | 329    | 296, 226, 206 | 100 : 53 : 44 : 38 | 0.125~6.25                    | 0.996 4    | 72.0~105.9  | 5.38~18.02  | 0.05                        |
| 53 | 稻丰散  | 53       | 24.19        | 274    | 246, 320, 275 | 100 : 25 : 6 : 14  | 0.125~6.25                    | 0.996 9    | 78.9~105.7  | 11.79~17.33 | 0.05                        |
| 54 | 丁草胺  | 54       | 25.55        | 237    | 276, 224, 311 | 100 : 36 : 50 : 26 | 0.125~6.25                    | 0.998 9    | 73.6~119.1  | 7.32~14.47  | 0.02                        |
| 55 | 敌草胺  | 55       | 25.86        | 271    | 171, 128, 272 | 69 : 28 : 100 : 14 | 0.125~6.25                    | 0.998 6    | 78.9~107.2  | 5.55~20.50  | 0.05                        |
| 56 | 丙硫磷  | 56       | 26.16        | 309    | 267, 239, 281 | 100 : 90 : 30 : 11 | 0.125~6.25                    | 0.998 5    | 73.6~107.4  | 8.44~16.20  | 0.01                        |
| 57 | 脱叶磷  | 57       | 26.43        | 314    | 258, 226, 202 | 17 : 43 : 45 : 100 | 0.365~18.75                   | 0.998 2    | 78.6~103.6  | 9.43~17.09  | 0.05                        |
| 58 | 恶草酮  | 58       | 26.86        | 344    | 304, 302, 258 | 47 : 45 : 36 : 100 | 0.125~6.25                    | 0.998 1    | 73.9~108.6  | 4.93~19.79  | 0.05                        |
| 59 | 膈菌唑  | 59       | 26.92        | 288    | 245, 206, 179 | 12 : 16 : 23 : 100 | 0.125~6.25                    | 0.996 9    | 78.9~109.4  | 6.11~18.30  | 0.02                        |
| 60 | 杀螨特  | 60       | 27.03        | 334    | 319, 321, 336 | 57 : 100 : 39 : 22 | 0.125~6.25                    | 0.998 6    | 75.5~98.0   | 7.01~22.73  | 0.10                        |
| 61 | 噻呋酰胺 | 61       | 27.38        | 194    | 166, 125      | 100 : 64 : 26      | 0.125~6.25                    | 0.998 3    | 70.3~107.4  | 8.71~17.32  | 0.01                        |
| 62 | 除草醚  | 62       | 27.42        | 283    | 253, 202, 139 | 100 : 39 : 54 : 43 | 0.125~6.25                    | 0.999 1    | 61.4~78.9   | 4.36~11.98  | 0.05                        |
| 63 | 环唑醇  | 63       | 27.44        | 222    | 224, 223      | 100 : 36 : 15      | 0.125~6.25                    | 0.999 2    | 63.9~81.0   | 5.84~11.46  | 0.01                        |
| 64 | 氟苯胺灵 | 64       | 28.10        | 251    | 253, 308      | 100 : 65 : 1       | 0.125~6.25                    | 0.997 9    | 77.4~115.6  | 7.74~19.58  | 0.02                        |
| 65 | 丰泰磷  | 65       | 28.33        | 308    | 292, 293, 265 | 8 : 100 : 35 : 5   | 0.365~18.75                   | 0.997 9    | 71.6~106.9  | 6.89~20.55  | 0.05                        |

表 C.2 (续)

| 序号 | 农药名称             | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |               |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|----|------------------|----------|--------------|--------|---------------|--------------------|-------------------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------------|
|    |                  |          |              | 定量     | 定性            | 丰度比                |                               |            |             |             |                             |
| 66 | <i>o,p'</i> -滴滴涕 | 66       | 28.63        | 235    | 237,165       | 100 : 65 : 37      | 0.125~6.25                    | 0.996 9    | 78.4~106.6  | 7.34~16.69  | 0.02                        |
| 67 | 三唑磷              | 67       | 29.6         | 257    | 285,313       | 100 : 80 : 42      | 0.365~18.75                   | 0.997 7    | 73.3~106.3  | 6.40~18.37  | 0.10                        |
| 68 | 伐灭磷              | 68       | 29.87        | 218    | 217,282,202   | 100 : 22 : 6 : 7   | 0.125~6.25                    | 0.997 0    | 77.5~111.2  | 9.87~19.15  | 0.20                        |
| 69 | 苯霜灵              | 69       | 30.02        | 206    | 234,325,266   | 100 : 45 : 30 : 45 | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 72.2~109.5  | 7.98~17.14  | 0.05                        |
| 70 | 环草定              | 70       | 30.23        | 153    | 136,234,154   | 100 : 6 : 2 : 9    | 0.5~25.0                      | 0.998 1    | 70.3~107.6  | 7.76~20.63  | 0.20                        |
| 71 | 丙环唑 I            | 71       | 30.29        | 259    | 261,191,173   | 100 : 65 : 29 : 96 | 0.365~18.75                   | 0.997 6    | 72.2~105.9  | 8.63~22.69  | 0.05                        |
|    | 丙环唑 II           | 72       | 30.59        | 259    | 261,191,173   | 100 : 65 : 29 : 96 |                               |            |             |             |                             |
| 72 | 吡氟酰草胺            | 73       | 31.78        | 266    | 394,267,246   | 100 : 26 : 15 : 9  | 0.125~6.25                    | 0.998 7    | 72.1~100.3  | 4.52~15.70  | 0.02                        |
| 73 | 增效醚              | 74       | 31.96        | 176    | 177,149,338,3 | 100 : 33 : 17 : 6  | 0.125~6.25                    | 0.998 1    | 70.0~107.4  | 7.62~21.29  | 0.02                        |
| 74 | 吡氟氯禾灵            | 75       | 32.35        | 316    | 302,288,272   | 89 : 100 : 79 : 21 | 0.125~6.25                    | 0.994 5    | 69.9~103.8  | 7.96~19.02  | 0.05                        |
| 75 | 亚胺硫磷             | 76       | 32.87        | 160    | 161,317,192   | 100 : 11 : 5 : 2   | 0.5~25.0                      | 0.992 1    | 81.4~116.5  | 9.27~19.41  | 0.10                        |
| 76 | 胺菊酯 I            | 77       | 33.17        | 164    | 135,163,165   | 100 : 5 : 1 : 100  | 0.125~6.25                    | 0.996 5    | 76.7~113.1  | 10.80~19.19 | 0.02                        |
|    | 胺菊酯 II           | 78       | 33.67        | 164    | 13,163,165    | 100 : 4 : 1 : 11   |                               |            |             |             |                             |
| 77 | 联苯菊酯             | 79       | 33.70        | 181    | 165,166,182   | 100 : 26 : 27 : 16 | 0.365~18.75                   | 0.996 5    | 78.5~108.2  | 12.36~20.86 | 0.02                        |
| 78 | 苯醚菊酯 I           | 80       | 34.70        | 123    | 183,350,168   | 100 : 83 : 7 : 9   | 0.125~6.25                    | 0.993 3    | 73.9~115.7  | 6.76~15.81  | 0.20                        |
|    | 苯醚菊酯 II          | 81       | 35.06        | 123    | 183,350,168   | 100 : 69 : 6 : 7   |                               |            |             |             |                             |
| 79 | 吡虫啉              | 82       | 35.14        | 382    | 329,194       | 100 : 3 : 372      | 0.365~18.75                   | 0.997 6    | 70.7~101.5  | 8.36~19.40  | 0.10                        |
| 80 | 溴苯磷              | 83       | 35.19        | 377    | 213,171       | 100 : 6 : 122      | 0.125~6.25                    | 0.996 3    | 76.9~103.6  | 6.03~14.36  | 0.05                        |
| 81 | 苯噻酰草胺            | 84       | 35.68        | 192    | 298,136,148   | 100 : 6 : 22 : 18  | 0.125~6.25                    | 0.999 3    | 71.7~106.8  | 7.66~17.17  | 0.10                        |
| 82 | 异噁菌醇             | 85       | 36.46        | 330    | 295,251,332   | 58 : 23 : 100 : 38 | 0.5~25.0                      | 0.999 1    | 72.4~116.7  | 10.52~17.52 | 0.50                        |
| 83 | 益棉磷              | 86       | 36.93        | 160    | 105,132       | 86 : 33 : 100      | 0.125~6.25                    | 0.998 8    | 69.9~99.6   | 6.74~16.52  | 0.05                        |
| 84 | 吡啶硫磷             | 87       | 37.55        | 318    | 290,194       | 100 : 10 : 161     | 0.125~6.25                    | 0.997 9    | 72.7~105.1  | 6.40~16.26  | 0.05                        |

表 C.2 (续)

| 序号 | 农药名称     | 出峰<br>顺序 | 保留时间/<br>min | 特征碎片离子 |               |                    | 线性范围/<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性<br>相关系数 | 回收率范围/<br>% | 精密度范围/<br>% | 定量限/<br>( $\mu\text{g/g}$ ) |
|----|----------|----------|--------------|--------|---------------|--------------------|-------------------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------------|
|    |          |          |              | 定量     | 定性            | 丰度比                |                               |            |             |             |                             |
| 85 | 噻草酮      | 88       | 37.80        | 279    | 251, 178      | 100 : 55 : 117     | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 77.7~116.0  | 5.85~19.50  | 0.05                        |
| 86 | 氟菊酯 I    | 89       | 38.69        | 183    | 184, 255, 165 | 100 : 15 : 2 : 20  | 0.125~6.25                    | 0.995 5    | 72.1~111.5  | 4.93~19.61  | 0.02                        |
|    | 氟菊酯 II   | 90       | 39.13        | 183    | 184, 255, 165 | 100 : 15 : 2 : 17  |                               |            |             |             |                             |
| 87 | 蝇毒磷      | 91       | 39.17        | 362    | 226, 334, 364 | 100 : 47 : 16 : 19 | 0.125~6.25                    | 0.998 7    | 70.2~111.8  | 7.01~15.32  | 0.05                        |
| 88 | 禾草克      | 92       | 41.88        | 372    | 299, 244, 272 | 91 : 100 : 33 : 15 | 0.125~6.25                    | 0.997 8    | 73.0~110.8  | 8.4~19.71   | 0.02                        |
| 89 | 醚菊酯      | 93       | 42.45        | 163    | 376, 183, 164 | 100 : 5 : 7 : 12   | 0.125~6.25                    | 0.997 3    | 70.1~109.8  | 8.26~18.18  | 0.02                        |
| 90 | 氟啶草酮     | 94       | 43.45        | 328    | 329, 330, 310 | 100 : 48 : 8 : 3   | 0.125~6.25                    | 0.999 0    | 70.2~110.6  | 8.23~15.79  | 0.02                        |
| 91 | 吡草特      | 95       | 43.80        | 207    | 205, 283, 350 | 100 : 73 : 17 : 7  | 0.125~6.25                    | 0.998 7    | 60.2~87.6   | 6.77~16.30  | 0.03                        |
| 92 | 氟胺氰菊酯 I  | 96       | 45.11        | 250    | 252, 181, 502 | 100 : 34 : 20 : 10 | 0.125~6.25                    | 0.994 5    | 73.2~110.4  | 6.26~15.10  | 0.05                        |
|    | 氟胺氰菊酯 II | 97       | 45.35        | 250    | 252, 181, 502 | 100 : 33 : 20 : 10 |                               |            |             |             |                             |
| 93 | 溴氰菊酯     | 98       | 46.7         | 181    | 172, 174, 209 | 100 : 33 : 32 : 86 | 0.125~6.25                    | 0.998 9    | 69.1~109.0  | 4.45~17.04  | 0.10                        |

附 录 D  
(资料性附录)

EI 选择离子方式初筛、鉴定水果和蔬菜中 107 种被测农药的鉴别离子及定量限

EI 选择离子方式初筛、鉴定水果和蔬菜中 107 种被测农药的鉴别离子及定量限见表 D.1。

表 D.1 用 EI 选择离子方式初筛、鉴定水果和蔬菜中 107 种被测农药的鉴别离子及定量限

| 序号 | 中文名称   | 英文名称                     | 鉴别离子 (m/z)                        | 定量限(LOQ)/(mg/kg) |
|----|--------|--------------------------|-----------------------------------|------------------|
| 1  | 乙酰甲胺磷  | Acephate                 | 94、136 <sup>*</sup> 、183、142      | 0.02             |
| 2  | 甲草胺    | Alachlor                 | 160 <sup>*</sup> 、188、237、269     | 0.01             |
| 3  | 艾氏剂    | Aldrin                   | 261、263 <sup>*</sup> 、265、293、327 | 0.01             |
| 4  | 恶虫威    | Bendiocarb               | 126、151 <sup>*</sup> 、166、223     | 0.01             |
| 5  | 苯达松    | Bentazone                | 119 <sup>*</sup> 、161、198、240     | 0.02             |
| 6  | 甲-六六六  | $\alpha$ -BHC            | 181 <sup>*</sup> 、183、185、219、254 | 0.01             |
| 7  | 乙-六六六  | $\beta$ -BHC             | 109 <sup>*</sup> 、181、183、185     | 0.01             |
| 8  | 林丹     | Lindane ( $\gamma$ -BHC) | 181 <sup>*</sup> 、183、185、219、290 | 0.01             |
| 9  | 丁-六六六  | $\delta$ -BHC            | 181 <sup>*</sup> 、183、185、219、254 | 0.01             |
| 10 | 甲羧除草醚  | Bifenox                  | 173、310、341 <sup>*</sup> 、343     | 0.01             |
| 11 | 双苯三唑醇  | Bitertanol               | 112、141、170 <sup>*</sup> 、337     | 0.01             |
| 12 | 仲丁威    | BPMC                     | 107、121 <sup>*</sup> 、150、207     | 0.1              |
| 13 | 丁胺磷    | Butamifos                | 200、232、258、286 <sup>*</sup>      | 0.01             |
| 14 | 丁草特    | Butylate                 | 57 <sup>*</sup> 、146、156、174、217  | 0.01             |
| 15 | 敌菌丹    | Captafol                 | 79 <sup>*</sup> 、149、183、313、349  | 0.1              |
| 16 | 克菌丹    | Captan                   | 79 <sup>*</sup> 、149、264、299      | 0.1              |
| 17 | 甲萘威    | Carbaryl                 | 115、116、144 <sup>*</sup> 、201     | 0.01             |
| 18 | 灭螨猛    | Chinomethionat           | 116、174、206、234 <sup>*</sup>      | 0.01             |
| 19 | 毒虫畏    | Chlorfenvinphos          | 267 <sup>*</sup> 、269、323、358     | 0.01             |
| 20 | 乙酯杀螨醇  | Chlorobenzilate          | 111、139、251 <sup>*</sup> 、253、255 | 0.1              |
| 21 | 氯苯胺灵   | Chlorpropham             | 127 <sup>*</sup> 、129、171、213     | 0.01             |
| 22 | 毒死蜱    | Chlorpyrifos             | 197 <sup>*</sup> 、199、201、314、351 | 0.01             |
| 23 | 瓜菊酯 I  | Cinerin I                | 123 <sup>*</sup> 、150、168、316     | 0.2              |
| 24 | 瓜菊酯 II | Cinerin II               | 107 <sup>*</sup> 、121、167、360     | 0.2              |
| 25 | 噻草酮    | Cycloxydim               | 178 <sup>*</sup> 、179、251、279     | 0.01             |
| 26 | 氟氯氰菊酯  | Cyfluthrin               | 163 <sup>*</sup> 、165、199、206、226 | 0.02             |
| 27 | 灭百可    | Cypermethrin             | 163 <sup>*</sup> 、181、209、415     | 0.02             |

表 D.1 (续)

| 序号 | 中文名称  | 英文名称             | 鉴别离子 (m/z)                        | 定量限(LOQ)/(mg/kg) |
|----|-------|------------------|-----------------------------------|------------------|
| 28 | 环唑醇   | Cyproconazole    | 125、139 <sup>a</sup> 、141、222     | 0.01             |
| 29 | 滴滴滴   | DDD              | 165、235 <sup>a</sup> 、237、284     | 0.05             |
| 30 | 滴滴伊   | DDE              | 246 <sup>a</sup> 、248、250、281、318 | 0.05             |
| 31 | 滴滴涕   | <i>o,p'</i> -DDT | 165、235 <sup>a</sup> 、237、354     | 0.05             |
| 32 | 滴滴涕   | <i>p,p'</i> -DDT | 165、235 <sup>a</sup> 、237、354     | 0.05             |
| 33 | 溴氰菊酯  | Deltamethrin     | 172、181 <sup>a</sup> 、253、209     | 0.01             |
| 34 | 甲基内吸磷 | Demeton-methyl   | 88 <sup>a</sup> 、109、142、230      | 0.02             |
| 35 | 二嗪磷   | Diazinon         | 137、179 <sup>a</sup> 、199、304     | 0.01             |
| 36 | 苯氟磺胺  | Dichlofluanid    | 123 <sup>a</sup> 、224、226、228、332 | 0.01             |
| 37 | 敌敌畏   | Dichlorvos       | 79、109 <sup>a</sup> 、185、220      | 0.1              |
| 38 | 三氯杀螨醇 | Dicofol          | 139 <sup>a</sup> 、141、251、253     | 0.1              |
| 39 | 狄氏剂   | Dieldrin         | 79 <sup>a</sup> 、263、277、345、380  | 0.005            |
| 40 | 敌粉威   | Diethofencarb    | 124 <sup>a</sup> 、196、225、267     | 0.01             |
| 41 | 恶醚唑   | Difenoconazole   | 265 <sup>a</sup> 、267、269、323     | 0.01             |
| 42 | 敌茚氟芬  | Diflufenican     | 218、246、266 <sup>a</sup> 、394     | 0.01             |
| 43 | 噻节因   | Dimethipin       | 54 <sup>a</sup> 、118、124          | 0.01             |
| 44 | 乐果    | Dimethoate       | 87 <sup>a</sup> 、125、172、229      | 0.01             |
| 45 | 甲基毒虫畏 | Dimethylvinphos  | 109 <sup>a</sup> 、295、297、299     | 0.01             |
| 46 | 敌瘟磷   | Edifenphos       | 109 <sup>a</sup> 、173、201、310     | 0.1              |
| 47 | 异狄氏剂  | Endrin           | 81 <sup>a</sup> 、263、281、345      | 0.02             |
| 48 | 苯硫磷   | EPN              | 157 <sup>a</sup> 、169、185、323     | 0.01             |
| 49 | 丙草丹   | EPTC             | 86、128 <sup>a</sup> 、131、189      | 0.01             |
| 50 | 乙硫苯威  | Ethiofencarb     | 77、107 <sup>a</sup> 、168、225      | 0.01             |
| 51 | 乙硫磷   | Ethion           | 125、153、231 <sup>a</sup> 、384     | 0.01             |
| 52 | 丙线磷   | Ethoprophos      | 126、158 <sup>a</sup> 、200、242     | 0.01             |
| 53 | 乙嘧硫磷  | Etrifos          | 153、168、181 <sup>a</sup> 、292     | 0.01             |
| 54 | 氟苯嘧啶醇 | Fenarimol        | 139 <sup>a</sup> 、219、251、330     | 0.01             |
| 55 | 杀螟硫磷  | Fenitrothion     | 109、125、260、277 <sup>a</sup>      | 0.01             |
| 56 | 丰索磷   | Fensulfthion     | 125、141、293 <sup>a</sup> 、308     | 0.02             |
| 57 | 倍硫磷   | Fenthion         | 125、153、169、278 <sup>a</sup>      | 0.01             |
| 58 | 氟戊菊酯  | Fenvalerate      | 125、167 <sup>a</sup> 、169、419     | 0.01             |

表 D.1 (续)

| 序号 | 中文名称    | 英文名称              | 鉴别离子 (m/z)                            | 定量限(LOQ)/(mg/kg) |
|----|---------|-------------------|---------------------------------------|------------------|
| 59 | 氟硅唑     | Flusilazole       | 206, 220, 233 <sup>a</sup> , 315      | 0.02             |
| 60 | 氟酰胺     | Flutolanil        | 145, 173 <sup>a</sup> , 281, 323      | 0.02             |
| 61 | 氟胺氰菊酯   | Fluvalinate       | 181, 250 <sup>a</sup> , 252, 502      | 0.01             |
| 62 | 灭菌丹     | Folpet            | 104, 260 <sup>a</sup> , 262, 295, 297 | 0.5              |
| 63 | 七氯      | Heptachlor        | 100 <sup>a</sup> , 270, 272, 274, 372 | 0.01             |
| 64 | 益灭菌唑    | Imazalil          | 41 <sup>a</sup> , 159, 173, 175, 215  | 0.1              |
| 65 | 异菌脲     | Iprodione         | 187 <sup>a</sup> , 189, 244, 314      | 0.01             |
| 66 | 稻土磷     | Isofenphos        | 58 <sup>a</sup> , 213, 255, 345       | 0.01             |
| 67 | 异丙威     | Isoprocarb        | 121 <sup>a</sup> , 136, 178, 193      | 0.1              |
| 68 | 茉莉菊酯 I  | Jasmolin I        | 123 <sup>a</sup> , 164, 256, 330      | 0.02             |
| 69 | 茉莉菊酯 II | Jasmolin II       | 107, 163 <sup>a</sup> , 167, 374      | 0.2              |
| 70 | 马拉硫磷    | Malathion         | 125, 158, 173 <sup>a</sup> , 330      | 0.01             |
| 71 | 甲胺磷     | Methamidophos     | 94 <sup>a</sup> , 110, 126, 141       | 0.01             |
| 72 | 杀扑磷     | Methidathion      | 85 <sup>a</sup> , 125, 145, 302       | 0.01             |
| 73 | 灭梭威     | Methiocarb        | 109, 153, 168 <sup>a</sup> , 225      | 0.005            |
| 74 | 异丙甲草胺   | Metolachlor       | 146, 162 <sup>a</sup> , 238, 240      | 0.01             |
| 75 | 噻草酮     | Metribuzin        | 103, 144, 198 <sup>a</sup> , 214      | 0.01             |
| 76 | 灭克落     | Myclobutanil      | 150, 179 <sup>a</sup> , 181, 288      | 0.01             |
| 77 | 杀线威     | Oxamyl            | 72 <sup>a</sup> , 115, 145, 162       | 0.02             |
| 78 | 多效唑     | Paclobutrazol     | 125, 138, 167, 236 <sup>a</sup>       | 0.01             |
| 79 | 对硫磷     | Parathion         | 109, 137, 155, 291 <sup>a</sup>       | 0.01             |
| 80 | 甲基对硫磷   | Parathion-methyl  | 109 <sup>a</sup> , 125, 200, 263      | 0.005            |
| 81 | 五氯硝基苯   | PCNB              | 237 <sup>a</sup> , 249, 293, 295      | 0.005            |
| 82 | 配那唑     | Penconazole       | 159, 161 <sup>a</sup> , 248, 250, 251 | 0.01             |
| 83 | 二甲戊乐灵   | Pendimethalin     | 162, 252 <sup>a</sup> , 253, 281      | 0.01             |
| 84 | 氯菊酯     | Permethrin        | 163, 183 <sup>a</sup> , 255, 390      | 0.01             |
| 85 | 稻丰散     | Phenthoate        | 125, 246, 274 <sup>a</sup> , 320      | 0.01             |
| 86 | 甲拌磷     | Phorate           | 75 <sup>a</sup> , 121, 231, 260       | 0.01             |
| 87 | 抗蚜威     | Pirimicarb        | 72, 166 <sup>a</sup> , 238, 239       | 0.01             |
| 88 | 虫螨磷     | Pirimiphos-methyl | 233, 276, 290 <sup>a</sup> , 305      | 0.01             |
| 89 | 丙氯灵     | Prochloraz        | 70 <sup>a</sup> , 180, 308, 310       | 0.01             |

表 D.1 (续)

| 序号                | 中文名称    | 英文名称             | 鉴别离子 (m/z)                       | 定量限(LOQ)/(mg/kg) |
|-------------------|---------|------------------|----------------------------------|------------------|
| 90                | 氧环三宝    | Propiconazole    | 173 <sup>a</sup> 、175、259、261    | 0.01             |
| 91                | 除虫菊酯 I  | Pyrethrin I      | 123 <sup>a</sup> 、133、162、328    | 0.2              |
| 92                | 除虫菊酯 II | Pyrethrin II     | 133 <sup>a</sup> 、160、167、372    | 0.2              |
| 93                | 啶斑肟     | Pyrfenox         | 187、262 <sup>a</sup> 、264、294    | 0.01             |
| 94                | 达螨酮     | Pyridaben        | 132、147 <sup>a</sup> 、309、364    | 0.01             |
| 95                | 喹禾灵     | Quizalofop-ethyl | 163、299 <sup>a</sup> 、301、372    | 0.01             |
| 96                | 稀禾啶     | Sethoxydim       | 149、178 <sup>a</sup> 、191、219    | 0.01             |
| 97                | 立克莠     | Tebuconazole     | 125 <sup>a</sup> 、127、163、250    | 0.01             |
| 98                | 特氯啶     | Terbacil         | 161 <sup>a</sup> 、162、164、216    | 0.01             |
| 99                | 叔丁硫磷    | Terbufos         | 103、153、231 <sup>a</sup> 、288    | 0.01             |
| 100               | 杀草丹     | Thiobencarb      | 100 <sup>a</sup> 、125、127、257    | 0.01             |
| 101               | 二甲硫吸磷   | Thiometon        | 88 <sup>a</sup> 、125、169、246     | 0.01             |
| 102               | 甲基托氯磷   | Tolclofos-methyl | 125、265 <sup>a</sup> 、267、269    | 0.01             |
| 103               | 三唑醇     | Triadimenol      | 112 <sup>a</sup> 、128、130、168    | 0.02             |
| 104               | 敌百虫     | Trichlorfon      | 79 <sup>a</sup> 、109、145、221     | 0.05             |
| 105               | 特富灵     | Triflumizole     | 73 <sup>a</sup> 、206、278、287、345 | 0.1              |
| 106               | 三氟草灵    | Trifluralin      | 264、290、306 <sup>a</sup> 、335    | 0.01             |
| 107               | 蚜灭多     | Vamidithion      | 87 <sup>a</sup> 、109、145、287     | 0.01             |
| <sup>a</sup> 为基峰。 |         |                  |                                  |                  |

附 录 E  
(资料性附录)

水果和蔬菜中 211 种农药的选择监测离子时间设定参数表

E.1 A 组 水果和蔬菜中 118 种农药的选择监测离子时间设定参数见表 E.1。

表 E.1 A 组 水果和蔬菜中 118 种农药的选择监测离子时间设定参数表

| 序号 | 时间/<br>min | 选择离子                                                                                                            | 驻留时间/<br>ms |
|----|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| 1  | 8.00       | 109、131、149、164、185、187、220、221                                                                                 | 80          |
| 2  | 11.80      | 127、128、132、146、160、161、164、189、192、193、203                                                                     | 50          |
| 3  | 13.90      | 115、121、122、126、127、136、137、144、145、158、187、201                                                                 | 50          |
| 4  | 15.00      | 107、109、110、111、121、122、135、136、142、143、151、152、154、167、171、213、215、230                                         | 20          |
| 5  | 16.20      | 121、127、153、158、160、166、176、180、182、185、192、193、206、208、209、213、214、217、231、237、246、260、270                     | 15          |
| 6  | 17.25      | 103、118、124、127、131、138、149、160、164、173、176、183、186、201、203、204、205、206、208、210、219、221、222、237、249、254、265、295 | 10          |
| 7  | 18.00      | 138、142、153、186、193、194、222、227、236、237、240、249、254、255、257、261、264、265、274、295、305、307、322                     | 20          |
| 8  | 18.80      | 161、163、177、193、197、199、217、223、224、227、229、234、261、263、264、265、269、272、277、292、305、307、322、357、359、394         | 10          |
| 9  | 20.00      | 170、185、188、200、212、223、224、227、233、234、237、246、250、263、265、266、267、269                                         | 15          |
| 10 | 20.50      | 109、143、153、168、170、184、185、197、206、212、225、226、227、234、239、241、249、285、287、289                                 | 20          |
| 11 | 21.45      | 100、125、143、158、168、170、173、190、196、197、204、205、207、225、231、239、241、256、257、258、259、267、286、295、297、316         | 10          |
| 12 | 22.32      | 136、161、174、175、178、182、198、201、202、213、225、230、239、240、241、248、250、274、289、290、304、316、318、329、331、333         | 10          |
| 13 | 23.85      | 107、112、123、124、130、136、143、146、148、157、168、174、191、206、221、234、235、267、268、269、270、272、278、295、298、323         | 10          |
| 14 | 24.60      | 145、146、156、157、176、184、191、215、221、227、235、240、241、246、248、265、278、302、318、321、323、329、331、333、339、356         | 10          |
| 15 | 25.80      | 145、173、217、246、248、250、260、263、277、281、288、297、303、316、318、321、323、337、339、345、356、362、374、377、379、380         | 10          |
| 16 | 26.45      | 105、115、116、131、143、144、162、165、172、199、206、225、233、235、237、238、246、248、249、262、300、305、315、316、318             | 10          |

表 E.1 (续)

| 序号 | 时间/<br>min | 选择离子                                                                                                   | 驻留时间/<br>ms |
|----|------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| 17 | 27.40      | 27.4、83、84、116、131、163、165、199、206、210、222、223、224、233、235、237、241、245、250、263、265、278、317、323、339、345 | 10          |
| 18 | 28.95      | 153、157、163、173、199、201、210、215、217、218、227、231、233、250、278、296、310、312、324、326、330、340、342、376、384    | 10          |
| 19 | 30.70      | 128、135、171、172、173、245、252、288、323、350                                                                | 50          |
| 20 | 31.65      | 135、143、171、281、309、317、338、345、350                                                                    | 50          |
| 21 | 32.60      | 157、169、183、185、245、271、314、316、323、339、341、343                                                        | 40          |
| 22 | 33.60      | 159、181、227、229、265、276、298、318、333、334、349、356                                                        | 40          |
| 23 | 34.80      | 77、132、154、160、161、182、193、207、237、272、274、278、367、369                                                 | 40          |
| 24 | 36.50      | 141、181、193、197、207、237、272、274、278                                                                    | 60          |
| 25 | 37.00      | 112、117、141、147、152、170、180、266、308、309、310、364                                                        | 50          |
| 26 | 38.50      | 112、117、141、147、152、170、180、266、308、309、310、364                                                        | 40          |
| 27 | 40.00      | 152、157、180、181、199、225                                                                                | 90          |
| 28 | 42.60      | 152、157、167、199、209、225                                                                                | 100         |
| 29 | 45.20      | 152、172、174、181、265、267、323、325                                                                        | 100         |

E.2 B组 水果和蔬菜中 93 种农药的选择监测离子时间设定参数见表 E.2。

表 E.2 B组 水果和蔬菜中 93 种农药的选择监测离子时间设定参数表

| 序号 | 时间/<br>min | 选择离子                                                                                                        | 驻留时间/<br>ms |
|----|------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| 1  | 8.00       | 94、111、126、141                                                                                              | 150         |
| 2  | 10.80      | 108、126、151、166                                                                                             | 150         |
| 3  | 12.00      | 115、119、120、125、131、136、137、145、146、156、162、179、181、183、188、217                                             | 25          |
| 4  | 13.80      | 110、120、126、141、156、176、196、203、211、215、219、231、235、246、261、263                                             | 25          |
| 5  | 15.80      | 109、127、143、145、157、171、173、183、185、192、203、219、220、221、222、223、229、249、264、282、284、286、301、306、335         | 10          |
| 6  | 17.36      | 137、153、164、169、171、172、173、174、181、187、197、200、202、214、215、217、219、223、229、231、246、254、270、288             | 10          |
| 7  | 18.30      | 107、117、137、139、143、145、160、161、163、168、179、181、217、219、223、225、229、251、254、264、266、268、270、276、279、281、304 | 10          |
| 8  | 19.8       | 144、197、198、199、212、214、220、223、232、237、247、251、272、275、279、281、285、286、287、288、337、372                     | 10          |

表 E.2 (续)

| 序号 | 时间/<br>min | 选择离子                                                                                                       | 驻留时间/<br>ms |
|----|------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| 9  | 20.80      | 109、125、142、153、162、167、169、211、214、224、226、238、240、247、260、262、263、265、276、277、278、290、293、305、329、332    | 10          |
| 10 | 22.06      | 139、141、153、169、181、186、196、208、210、218、230、235、250、251、263、269、278、291、293、297、299、329、364                | 15          |
| 11 | 22.30      | 168、185、192、206、210、213、220、226、227、245、246、252、255、269、274、275、281、296、320、329、351、353、355                | 10          |
| 12 | 24.20      | 73、109、142、145、153、167、169、191、207、212、219、236、238、246、255、274、275、278、283、285、287、303、320、331、345、357、359 | 10          |
| 13 | 24.21      | 128、171、224、237、271、272、276、311                                                                            | 70          |
| 14 | 26.00      | 98、104、113、179、202、206、226、239、245、258、267、281、288、302、304、309、314、319、321、334、336、344                     | 15          |
| 15 | 27.20      | 125、139、166、194、202、222、223、224、253、283                                                                    | 50          |
| 16 | 27.60      | 165、202、206、217、218、234、235、237、250、251、253、257、265、266、282、285、292、293、298、308、313、325                    | 15          |
| 17 | 30.10      | 79、136、149、151、153、154、163、173、176、177、183、191、206、207、234、246、250、252、259、261、266、267、311、325、338、394     | 10          |
| 18 | 32.15      | 272、288、302、316                                                                                            | 150         |
| 19 | 32.60      | 135、149、160、161、163、164、165、166、181、182、292、281、311、317、323、341                                            | 25          |
| 20 | 34.20      | 123、136、148、168、171、183、192、194、213、281、298、311、329、341、350、377、382                                        | 25          |
| 21 | 36.00      | 132、160、178、194、251、279、290、295、318、330、332                                                                | 40          |
| 22 | 38.00      | 165、183、184、226、255、334、362、364                                                                            | 70          |
| 23 | 41.60      | 163、164、183、244、272、299、372、376                                                                            | 70          |
| 24 | 43.00      | 205、207、283、310、328、329、330、350                                                                            | 70          |
| 25 | 44.50      | 172、174、181、209、250、252、502                                                                                | 70          |

# 附录 F

(资料性附录)

## 水果和蔬菜中 211 种农药标准物气相色谱-质谱选择离子色谱图

水果和蔬菜中 211 种农药标准物气相色谱-质谱选择离子色谱图见图 F.1~图 F.2。

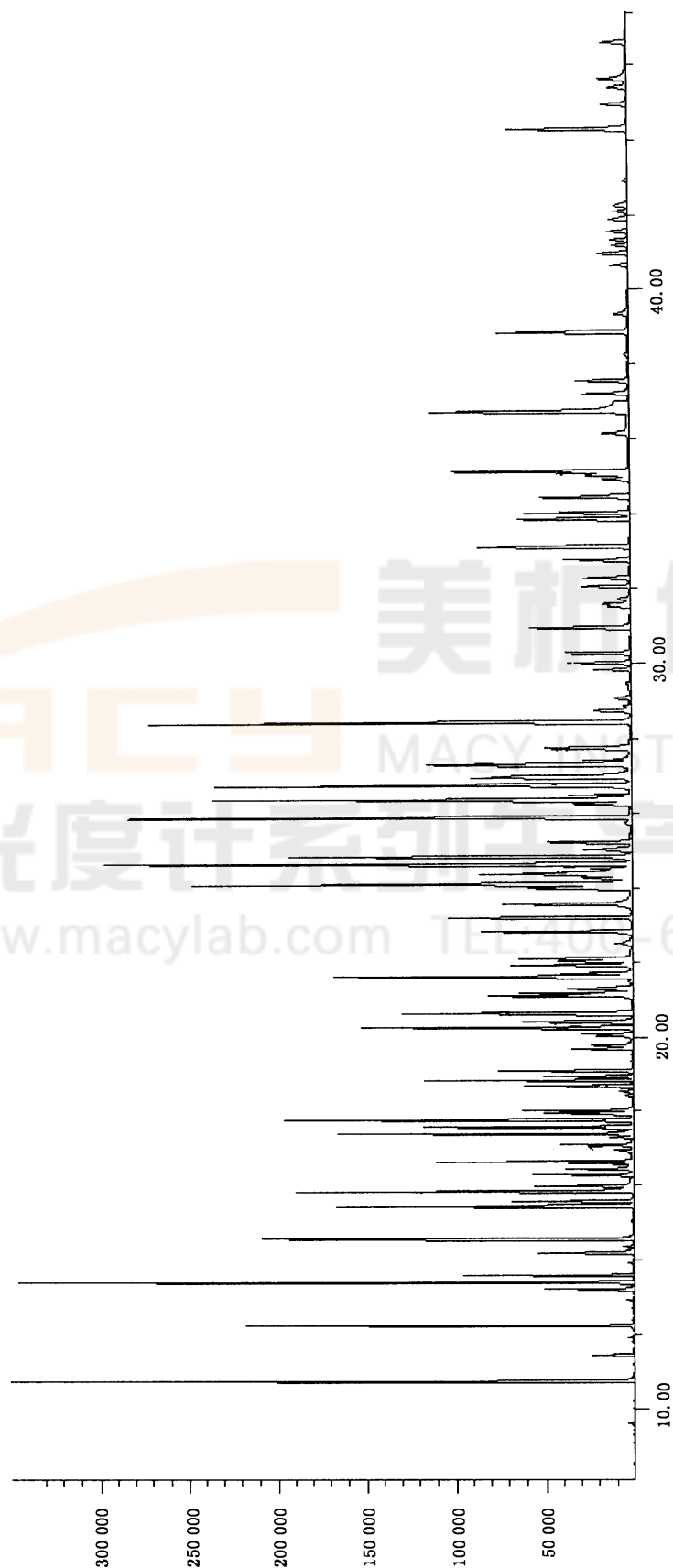


图 F.1 水果和蔬菜中 118 种农药标准物的气相色谱-质谱选择离子色谱图

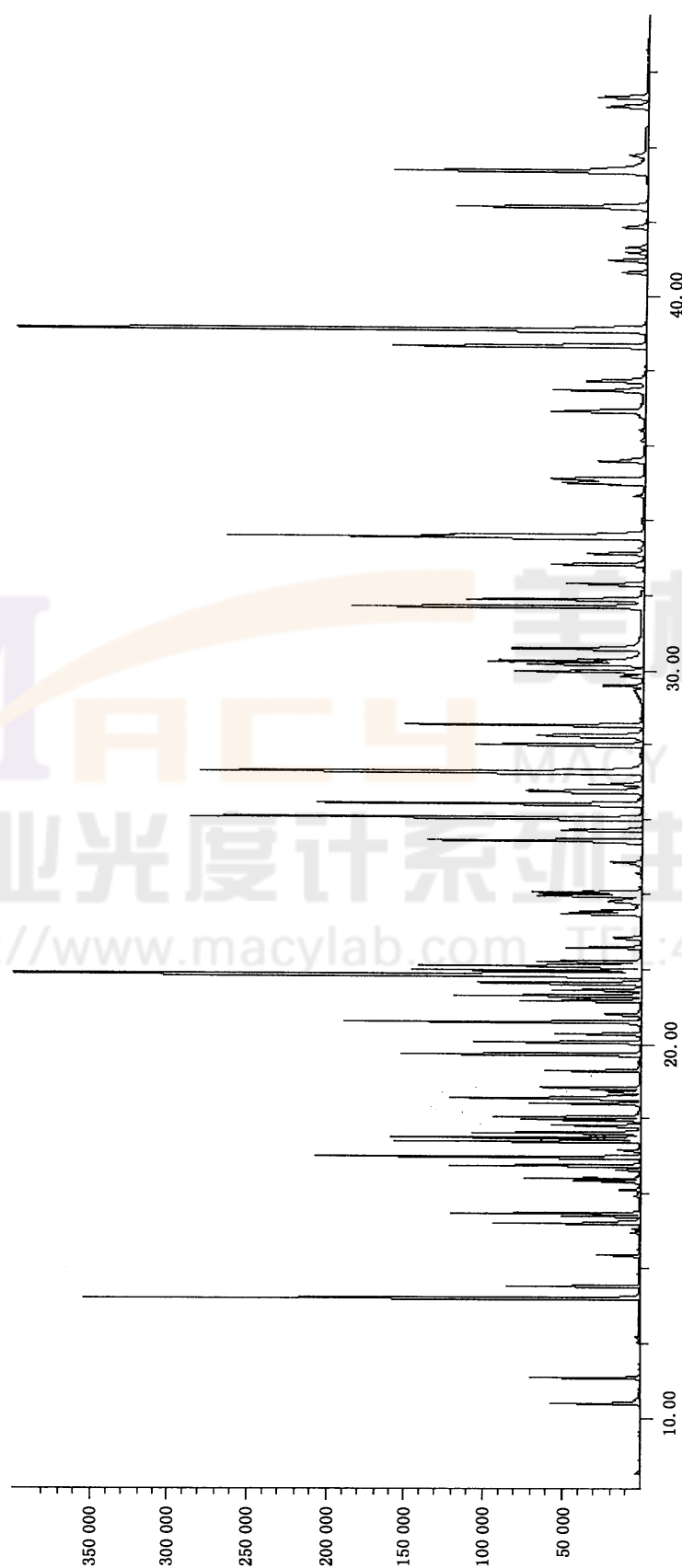


图 F.2 水果和蔬菜中 93 种农药标准物的气相色谱-质谱选择离子色谱图

附 录 G  
(资料性附录)

水果和蔬菜中 107 种农药在色谱柱上的保留时间和比保留值

水果和蔬菜中 107 种农药在色谱柱上的保留时间和比保留值见表 G.1。

表 G.1 水果和蔬菜中 107 种农药在 DB-35MS、DB-5MS 及 DB-1701 色谱柱上的  
保留时间( $t_R$ )和比保留值( $r$ )

| 序号 | 中文名称  | 英文名称                    | DB-35MS 色谱柱      |      | DB-5MS 色谱柱       |      | DB-1701 色谱柱      |      |
|----|-------|-------------------------|------------------|------|------------------|------|------------------|------|
|    |       |                         | $t_R/\text{min}$ | $r$  | $t_R/\text{min}$ | $r$  | $t_R/\text{min}$ | $r$  |
| 1  | 敌敌畏   | Dichlorvos              | 8.353            | 0.25 | 7.052            | 0.24 | 10.608           | 0.30 |
| 2  | 甲胺磷   | Methamidophos           | 9.784            | 0.30 | 7.097            | 0.25 | 13.258           | 0.37 |
| 3  | 丙草丹   | EPTC                    | 10.013           | 0.30 | 9.049            | 0.31 | 11.432           | 0.32 |
| 4  | 丁草特   | Butylate                | 11.288           | 0.34 | 11.226           | 0.39 | 13.154           | 0.37 |
| 5  | 杀线威   | Oxamyl                  | 13.062           | 0.39 | 14.685           | 0.51 | 24.101           | 0.67 |
| 6  | 敌百虫   | Trichlorfon             | 15.722           | 0.47 | 12.336           | 0.43 | 19.664           | 0.55 |
| 7  | 乙酰甲胺磷 | Acephate                | 16.657           | 0.50 | 11.978           | 0.42 | 21.881           | 0.61 |
| 8  | 异丙威   | Isoprocab               | 17.657           | 0.53 | 14.428           | 0.50 | 20.788           | 0.58 |
| 9  | 三氟草灵  | Trifluralin             | 18.933           | 0.57 | 18.666           | 0.65 | 23.937           | 0.67 |
| 10 | 仲丁威   | Bpmc                    | 19.786           | 0.60 | 16.584           | 0.57 | 22.921           | 0.64 |
| 11 | 丙线磷   | Ethoprophos             | 20.337           | 0.61 | 17.474           | 0.61 | 22.144           | 0.62 |
| 12 | 氯苯胺灵  | Chlorpropham            | 20.768           | 0.63 | 18.336           | 0.64 | 24.239           | 0.68 |
| 13 | 甲基内吸磷 | Demeton-methyl          | 21.227           | 0.64 | 16.997           | 0.59 | 23.256           | 0.65 |
| 14 | 甲拌磷   | Phorate                 | 22.3             | 0.67 | 19.263           | 0.67 | 23.826           | 0.67 |
| 15 | 甲-六六六 | $\alpha$ -BHC           | 23.163           | 0.70 | 19.272           | 0.67 | 24.829           | 0.69 |
| 16 | 二甲硫吸磷 | Thiometon               | 23.741           | 0.72 | 19.923           | 0.69 | 25.124           | 0.70 |
| 17 | 恶虫威   | Bendiocarb              | 24.072           | 0.73 | 18.822           | 0.65 | 25.42            | 0.71 |
| 18 | 叔丁硫磷  | Terbufos                | 24.411           | 0.74 | 21.951           | 0.76 | 26.261           | 0.73 |
| 19 | 五氯硝基苯 | PCNB                    | 25.182           | 0.76 | 20.924           | 0.73 | 25.62            | 0.72 |
| 20 | 二嗪磷   | Diazinon                | 25.283           | 0.76 | 22.685           | 0.79 | 26.831           | 0.75 |
| 21 | 林丹    | Lindane( $\gamma$ -BHC) | 25.833           | 0.78 | 21.107           | 0.73 | 27.514           | 0.77 |
| 22 | 乐果    | Dimethoate              | 26.677           | 0.80 | 20.483           | 0.71 | 30.427           | 0.85 |
| 23 | 乙嘧硫磷  | Etrimfos                | 26.677           | 0.80 | 23.632           | 0.82 | 28.068           | 0.78 |
| 24 | 七氯    | Heptachlor              | 28.09            | 0.85 | 25.749           | 0.89 | 28.612           | 0.80 |
| 25 | 乙-六六六 | $\beta$ -BHC            | 28.09            | 0.85 | 21.345           | 0.74 | 32.711           | 0.91 |
| 26 | 抗蚜威   | Pirimicarb              | 29.173           | 0.88 | 24.162           | 0.84 | 29.974           | 0.84 |
| 27 | 特氯啉   | Terbacil                | 29.283           | 0.88 | 23.731           | 0.82 | 34.195           | 0.95 |
| 28 | 甲草胺   | Alachlor                | 29.402           | 0.89 | 25.768           | 0.89 | 31.829           | 0.89 |

表 G.1 (续)

| 序号 | 中文名称  | 英文名称              | DB-35MS 色谱柱      |      | DB-5MS 色谱柱       |      | DB-1701 色谱柱      |      |
|----|-------|-------------------|------------------|------|------------------|------|------------------|------|
|    |       |                   | $t_R/\text{min}$ | $r$  | $t_R/\text{min}$ | $r$  | $t_R/\text{min}$ | $r$  |
| 29 | 丁-六六六 | $\delta$ -BHC     | 29.778           | 0.90 | 23.437           | 0.81 | 33.928           | 0.95 |
| 30 | 乙硫苯威  | Ethiofencarb      | 29.925           | 0.90 | 24.529           | 0.85 | 32.287           | 0.90 |
| 31 | 噻节因   | Dimethipin        | 29.998           | 0.91 | 21.272           | 0.74 | 32.919           | 0.92 |
| 32 | 艾氏剂   | Aldrin            | 30.035           | 0.91 | 27.905           | 0.97 | 30.207           | 0.84 |
| 33 | 甲基托氯磷 | Tolclofos-methyl  | 30.485           | 0.92 | 25.658           | 0.89 | 31.21            | 0.87 |
| 34 | 甲基对硫磷 | Parathion-methyl  | 30.843           | 0.93 | 25.712           | 0.89 | 33.251           | 0.93 |
| 35 | 虫螨磷   | Pirimiphos-methyl | 30.999           | 0.94 | 27.355           | 0.95 | 32.193           | 0.90 |
| 36 | 噻草酮   | Metribuzin        | 31.1             | 0.94 | 25.428           | 0.88 | 32.649           | 0.91 |
| 37 | 异丙甲草胺 | Metolachlor       | 31.595           | 0.95 | 28.089           | 0.97 | 33.963           | 0.95 |
| 38 | 毒死蜱   | Chlorpyrifos      | 32.21            | 0.97 | 28.327           | 0.98 | 33.115           | 0.92 |
| 39 | 甲萘威   | Carbaryl          | 32.274           | 0.97 | 26.218           | 0.91 | 34.584           | 0.97 |
| 40 | 杀螟硫磷  | Fenitrothion      | 32.329           | 0.98 | 27.355           | 0.95 | 34.643           | 0.97 |
| 41 | 马拉硫磷  | Malathion         | 32.384           | 0.98 | 28.19            | 0.98 | 34.575           | 0.97 |
| 42 | 杀草丹   | Thiobencarb       | 32.439           | 0.98 | 28.355           | 0.98 | 32.689           | 0.91 |
| 43 | 苯氟磺胺  | Dichlofluanid     | 32.458           | 0.98 | 27.566           | 0.96 | 34.643           | 0.97 |
| 44 | 敌粉威   | Diethofencarb     | 32.504           | 0.98 | 28.952           | 1.00 | 37.251           | 1.04 |
| 45 | 灭梭威   | Methiocarb        | 32.724           | 0.99 | 27.529           | 0.95 | 34.376           | 0.96 |
| 46 | 对硫磷   | Parathion         | 33.146           | 1.00 | 28.85            | 1.00 | 35.818           | 1.00 |
| 47 | 倍硫磷   | Fenthion          | 33.558           | 1.01 | 28.63            | 0.99 | 34.195           | 0.95 |
| 48 | 三氯杀螨醇 | Dicofol           | 33.659           | 1.02 | 29.116           | 1.01 | 33.679           | 0.94 |
| 49 | 甲基毒虫畏 | Dimethylrinphos   | 33.696           | 1.02 | 28.511           | 0.99 | 35.122           | 0.98 |
| 50 | 二甲戊乐灵 | Pendimethalin     | 34.384           | 1.04 | 30.337           | 1.05 | 35.946           | 1.00 |
| 51 | 稻土磷   | Isofenphos        | 34.65            | 1.05 | 31.107           | 1.08 | 36.94            | 1.03 |
| 52 | 特富灵   | Triflumizole      | 34.889           | 1.05 | 32.007           | 1.11 | 39.176           | 1.09 |
| 53 | 配那唑   | Penconazole       | 35.109           | 1.06 | 30.768           | 1.07 | 37.396           | 1.04 |
| 54 | 毒虫畏   | Chlorfenvinphos   | 35.66            | 1.08 | 31.217           | 1.08 | 37.235           | 1.04 |
| 55 | 三唑醇   | Triadimenol       | 35.816           | 1.08 | 31.924           | 1.11 | 39.408           | 1.10 |
| 56 | 稻丰散   | Phenthoate        | 36.357           | 1.10 | 31.42            | 1.09 | 37.286           | 1.04 |
| 57 | 苯达松   | Bentazone         | 36.825           | 1.11 | 30.475           | 1.06 | 42.262           | 1.18 |
| 58 | 多效唑   | Paclobutrazol     | 37.027           | 1.12 | 32.786           | 1.14 | 40.838           | 1.14 |
| 59 | 啶斑肟   | Pyrfenox          | 37.109           | 1.12 | 30.997           | 1.07 | 35.585           | 0.99 |
| 60 | 瓜菊酯 I | Cinerin I         | 37.622           | 1.14 | 35.603           | 1.23 | 39.589           | 1.11 |
| 61 | 克菌丹   | Captan            | 37.868           | 1.14 | 31.217           | 1.08 | 38.899           | 1.09 |
| 62 | 灭螨猛   | Chinomethionat    | 37.916           | 1.14 | 31.988           | 1.11 | 36.399           | 1.02 |

表 G.1 (续)

| 序号 | 中文名称    | 英文名称            | DB-35MS 色谱柱      |      | DB-5MS 色谱柱       |      | DB-1701 色谱柱      |      |
|----|---------|-----------------|------------------|------|------------------|------|------------------|------|
|    |         |                 | $t_R/\text{min}$ | $r$  | $t_R/\text{min}$ | $r$  | $t_R/\text{min}$ | $r$  |
| 63 | 丁胺磷     | Butamifos       | 37.971           | 1.15 | 33.41            | 1.16 | 40.458           | 1.13 |
| 64 | 滴滴滴     | DDD             | 38.146           | 1.15 | 34.41            | 1.19 | 37.876           | 1.06 |
| 65 | 狄氏剂     | Dieldrin        | 38.209           | 1.15 | 34.3             | 1.19 | 38.543           | 1.08 |
| 66 | 灭菌丹     | Folpet          | 38.219           | 1.15 | 31.594           | 1.10 | 38.319           | 1.07 |
| 67 | 杀扑磷     | Methidathion    | 38.43            | 1.16 | 32.144           | 1.11 | 39.279           | 1.10 |
| 68 | 氟酰胺     | Flutolanil      | 38.504           | 1.16 | 34.19            | 1.19 | 42.8             | 1.19 |
| 69 | 益灭菌唑    | Imazalil        | 39.1             | 1.18 | 34.062           | 1.18 | 40.958           | 1.14 |
| 70 | 茉莉菊酯 I  | Jasmolin I      | 39.668           | 1.20 | 37.842           | 1.31 | 41.654           | 1.16 |
| 71 | 氟硅唑     | Flusilazole     | 39.825           | 1.20 | 35.108           | 1.22 | 42.69            | 1.19 |
| 72 | 蚜灭多     | Vamidothion     | 40.009           | 1.21 | 33.043           | 1.15 | 43.204           | 1.21 |
| 73 | 异狄氏剂    | Endrin          | 40.118           | 1.21 | 35.52            | 1.23 | 39.743           | 1.11 |
| 74 | 乙酯杀螨醇   | Chlorobenzilate | 40.302           | 1.22 | 36.613           | 1.27 | 41.8             | 1.17 |
| 75 | 除虫菊酯 I  | Pyrethrin I     | 40.558           | 1.22 | 38.099           | 1.32 | 42.477           | 1.19 |
| 76 | 灭克落     | Myclobutanil    | 40.715           | 1.23 | 34.97            | 1.21 | 44.338           | 1.24 |
| 77 | 环唑醇     | Cyproconazole   | 40.852           | 1.23 | 35.778           | 1.24 | 44.204           | 1.23 |
| 78 | 滴滴涕     | $o,p'$ -DDT     | 41.036           | 1.24 | 36.988           | 1.28 | 40.543           | 1.13 |
| 79 | 滴滴涕     | $p,p'$ -DDT     | 41.036           | 1.24 | 36.988           | 1.28 | 40.543           | 1.13 |
| 80 | 乙硫磷     | Ethion          | 41.724           | 1.26 | 37.245           | 1.29 | 43.076           | 1.20 |
| 81 | 丰索磷     | Fensulfothion   | 43.277           | 1.31 | 32.009           | 1.11 | 45.515           | 1.27 |
| 82 | 滴滴伊     | DDE             | 43.531           | 1.31 | 39.209           | 1.36 | 43.542           | 1.22 |
| 83 | 氧环三宝    | Propiconazole   | 43.843           | 1.32 | 39.007           | 1.35 | 45.146           | 1.26 |
| 84 | 敌莠氟芬    | Diflufenican    | 44.348           | 1.34 | 40.778           | 1.41 | 46.279           | 1.29 |
| 85 | 立克莠     | Tebuconazole    | 44.863           | 1.35 | 40.181           | 1.39 | 48.154           | 1.34 |
| 86 | 敌瘟磷     | Edifenphos      | 45.219           | 1.36 | 38.732           | 1.34 | 45.027           | 1.26 |
| 87 | 稀禾啉     | Sethoxydim      | 46.146           | 1.39 | 40.447           | 1.40 | 48.928           | 1.37 |
| 88 | 异菌脲     | Iprodione       | 47.247           | 1.43 | 42.08            | 1.46 | 49.761           | 1.39 |
| 89 | 敌菌丹     | Captafol        | 47.522           | 1.43 | 40.447           | 1.40 | 48.449           | 1.35 |
| 90 | 苯硫磷     | EPN             | 48.046           | 1.45 | 42.3             | 1.47 | 49.21            | 1.37 |
| 91 | 瓜菊酯 II  | Cinerin II      | 48.411           | 1.46 | 44.943           | 1.56 | 50.377           | 1.41 |
| 92 | 甲羧除草醚   | Bifenox         | 49.385           | 1.49 | 43.475           | 1.51 | 50.478           | 1.41 |
| 93 | 茉莉菊酯 II | Jasmolin II     | 50.173           | 1.51 | 46.934           | 1.63 | 52.159           | 1.46 |
| 94 | 除虫菊酯 II | Pyrethrin II    | 50.952           | 1.54 | 47.127           | 1.63 | 52.873           | 1.48 |
| 95 | 氯苯嘧啶醇   | Fenarimol       | 51.981           | 1.57 | 45.879           | 1.59 | 52.556           | 1.47 |
| 96 | 氯菊酯     | Permethrin      | 52.541           | 1.59 | 48.328           | 1.68 | 51.962           | 1.45 |

表 G.1 (续)

| 序号  | 中文名称  | 英文名称             | DB-35MS 色谱柱      |      | DB-5MS 色谱柱       |      | DB-1701 色谱柱      |      |
|-----|-------|------------------|------------------|------|------------------|------|------------------|------|
|     |       |                  | $t_R/\text{min}$ | $r$  | $t_R/\text{min}$ | $r$  | $t_R/\text{min}$ | $r$  |
| 97  | 双苯三唑醇 | Bitertanol       | 53.275           | 1.61 | 48.237           | 1.67 | 54.593           | 1.52 |
| 98  | 达螨酮   | Pyridaben        | 53.468           | 1.61 | 48.631           | 1.69 | 53.347           | 1.49 |
| 99  | 丙氯灵   | Prochloraz       | 54.193           | 1.63 | 48.778           | 1.69 | 56.562           | 1.58 |
| 100 | 氟氯氰菊酯 | Cyfluthrin       | 54.936           | 1.66 | 50.64            | 1.76 | 57.147           | 1.60 |
| 101 | 噻草酮   | Cycloxydim       | 55.358           | 1.67 | 47.613           | 1.65 | 56.826           | 1.59 |
| 102 | 灭百可   | Cypermethrin     | 55.835           | 1.68 | 51.237           | 1.78 | 57.436           | 1.60 |
| 103 | 啞禾灵   | Quizalofop-ethyl | 57.22            | 1.73 | 51.64            | 1.79 | 56.334           | 1.57 |
| 104 | 氟胺氰菊酯 | Fluvalinate      | 58.193           | 1.76 | 54.861           | 1.90 | 62.506           | 1.75 |
| 105 | 氟戊菊酯  | Fenvalerate      | 59.367           | 1.79 | 53.989           | 1.87 | 60.131           | 1.68 |
| 106 | 恶醚唑   | Difenoconazole   | 63.211           | 1.91 | 55.503           | 1.92 | 63.005           | 1.76 |
| 107 | 溴氰菊酯  | Deltamethrin     | 63.394           | 1.91 | 56.438           | 1.96 | 63.915           | 1.78 |

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

## 附录 H

### (资料性附录)

#### 水果和蔬菜中 107 种农药在不同极性色谱柱上的总离子流图

水果和蔬菜中 107 种农药在不同极性色谱柱上的总离子流图见图 H.1~图 H.3。

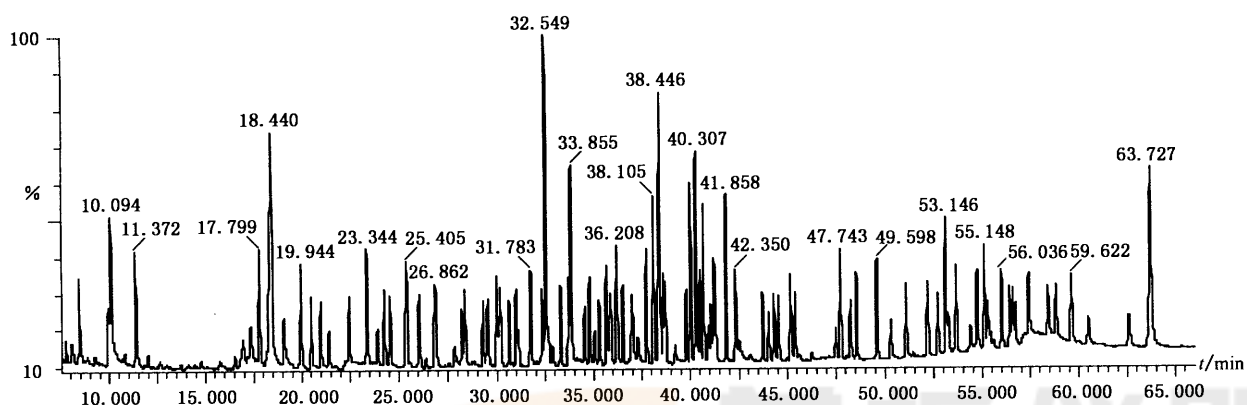


图 H.1 水果和蔬菜中 107 种农药标准品在 DB-35MS 的总离子流图

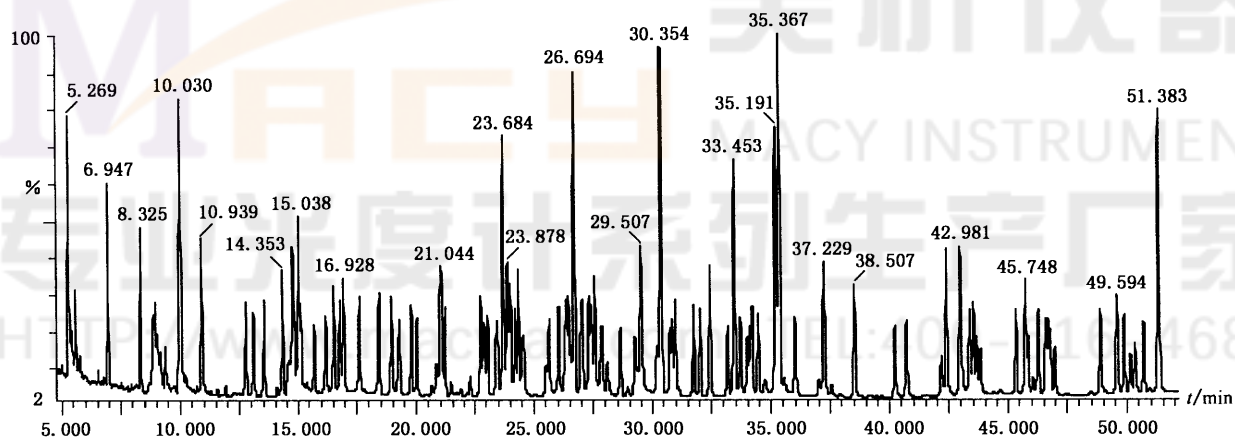


图 H.2 水果和蔬菜中 107 种农药标准品在 DB-5MS 的总离子流图

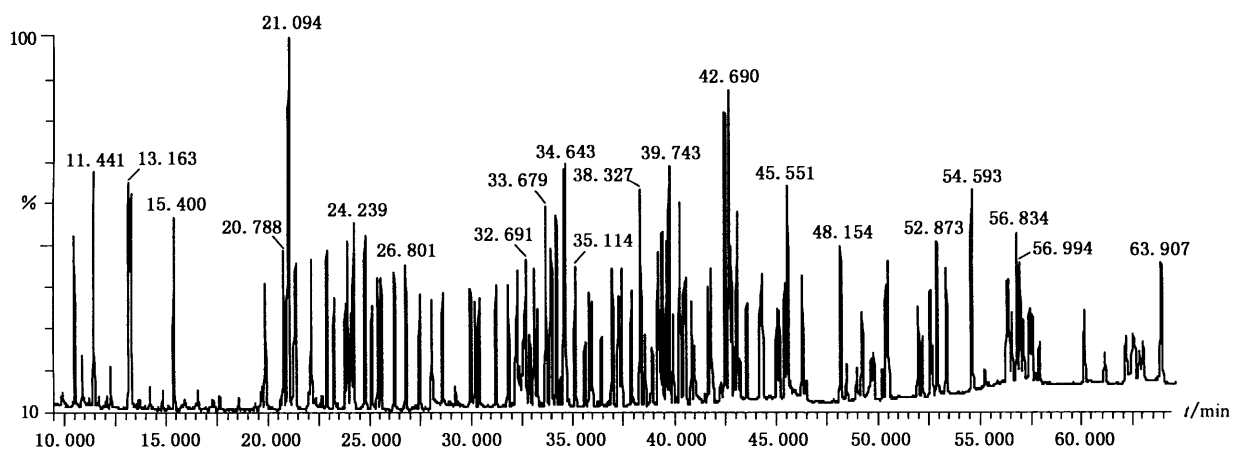


图 H.3 水果和蔬菜中 107 种农药标准品在 DB-1701 的总离子流图

附 录 I  
(资料性附录)

水果和蔬菜中 107 种农药的 3 个浓度水平测得的回收率和精密度

水果和蔬菜中 107 种农药的 3 个浓度水平测得的回收率和精密度见表 I.1。

表 I.1 水果和蔬菜中 107 种农药的 3 个浓度水平测得的回收率和精密度

| 序号 | 中文名称   | 英文名称                    | 添加水平<br>0.01 mg/kg |                       | 添加水平<br>0.1 mg/kg |                       | 添加水平<br>1.0 mg/kg |                       |
|----|--------|-------------------------|--------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|
|    |        |                         | 回收率/<br>%          | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% | 回收率/<br>%         | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% | 回收率/<br>%         | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% |
| 1  | 乙酰甲胺磷  | Acephate                | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 71.4              | 10.42                 | 73.5              | 9.925                 |
| 2  | 甲草胺    | Alachlor                | 75.2               | 16.65                 | 80.5              | 11.16                 | 104.8             | 10.47                 |
| 3  | 艾氏剂    | Aldrin                  | 72.3               | 13.95                 | 78.4              | 13.32                 | 97.1              | 9.631                 |
| 4  | 恶虫威    | Bendiocarb              | 70.9               | 16.91                 | 88.1              | 9.971                 | 109.7             | 10.43                 |
| 5  | 苯达松    | Bentazone               | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 70.2 <sup>c</sup> | 15.94                 | 103.4             | 9.022                 |
| 6  | 甲-六六六  | $\alpha$ -BHC           | 104.4              | 16.22                 | 105.7             | 6.852                 | 100.7             | 1.622                 |
| 7  | 乙-六六六  | $\beta$ -BHC            | 105.8              | 14.95                 | 96.6              | 9.569                 | 97.7              | 4.95                  |
| 8  | 林丹     | Lindane( $\gamma$ -BHC) | 79.1               | 15.45                 | 97.7              | 5.986                 | 85.9              | 5.453                 |
| 9  | 丁-六六六  | $\delta$ -BHC           | 100.1              | 14.45                 | 82.4              | 8.445                 | 110.0             | 11.97                 |
| 10 | 甲羧除草醚  | Bifenox                 | 91                 | 14.23                 | 89.1              | 12.41                 | 104.4             | 4.234                 |
| 11 | 双苯三唑醇  | Bitertanol              | 87.5               | 16.52                 | 80.5              | 12.71                 | 107.9             | 2.371                 |
| 12 | 仲丁威    | BPMC                    | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 95.1              | 19.24                 | 102.4             | 2.924                 |
| 13 | 丁胺磷    | Butamifos               | 75.1               | 16.74                 | 92.4              | 7.469                 | 98.3              | 4.671                 |
| 14 | 丁草特    | Butylate                | 72.9               | 17.95                 | 85.2              | 13.17                 | 95.3              | 3.175                 |
| 15 | 敌菌丹    | Captafol                | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 78.2              | 17.22                 | 76.3              | 4.722                 |
| 16 | 克菌丹    | Captan                  | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 70.1              | 3.106                 | 71.3              | 3.106                 |
| 17 | 甲萘威    | Carbaryl                | 99.6               | 11.77                 | 90.9              | 9.737                 | 98.0              | 5.717                 |
| 18 | 灭螨猛    | Chinomethionat          | 75.5               | 18.61                 | 89.3              | 8.613                 | 98.1              | 6.823                 |
| 19 | 毒虫畏    | Chlorfenvinphos         | 96.6               | 13.77                 | 90.2              | 9.712                 | 97.7              | 3.797                 |
| 20 | 乙酯杀螨醇  | Chlorobenzilate         | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 79.9              | 11.80                 | 100.6             | 3.338                 |
| 21 | 氯苯胺灵   | Chlorpropham            | 75.4               | 19.34                 | 78.7              | 13.37                 | 106.8             | 2.374                 |
| 22 | 毒死蜱    | Chlorpyrifos            | 71.8               | 14.52                 | 88.9              | 7.224                 | 103.5             | 4.572                 |
| 23 | 瓜菊酯 I  | Cinerin I               | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 79.1 <sup>c</sup> | 12.99                 | 106.4             | 4.229                 |
| 24 | 瓜菊酯 II | Cinerin II              | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 80.9 <sup>c</sup> | 6.626                 | 106.9             | 2.126                 |
| 25 | 噻草酮    | Cycloxydim              | 100.6              | 18.98                 | 94.1              | 9.870                 | 103.9             | 7.898                 |
| 26 | 氟氯氰菊酯  | Cyfluthrin              | 104.3              | 12.04                 | 98.2              | 6.425                 | 106.9             | 2.604                 |

表 I.1 (续)

| 序号 | 中文名称  | 英文名称             | 添加水平<br>0.01 mg/kg |                       | 添加水平<br>0.1 mg/kg |                       | 添加水平<br>1.0 mg/kg |                       |
|----|-------|------------------|--------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|
|    |       |                  | 回收率/<br>%          | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% | 回收率/<br>%         | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% | 回收率/<br>%         | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% |
| 27 | 灭百可   | Cypermethrin     | 104.5 <sup>a</sup> | 12.18                 | 92.5              | 8.928                 | 108.3             | 10.77                 |
| 28 | 环唑醇   | Cyproconazole    | 78.1 <sup>a</sup>  | 18.63                 | 79.1              | 8.673                 | 100.4             | 2.186                 |
| 29 | 滴滴滴   | DDD              | 70.0 <sup>b</sup>  | 19.91                 | 79.6              | 14.97                 | 97.1              | 11.19                 |
| 30 | 滴滴伊   | DDE              | 100.2 <sup>b</sup> | 14.32                 | 98.9              | 8.281                 | 99.1              | 4.328                 |
| 31 | 滴滴涕   | <i>o,p'</i> -DDT | 70.3 <sup>b</sup>  | 19.01                 | 96.5              | 14.96                 | 96.8              | 11.82                 |
| 32 | 滴滴涕   | <i>p,p'</i> -DDT | 70.4 <sup>b</sup>  | 18.22                 | 93.6              | 13.25                 | 106.0             | 3.425                 |
| 33 | 溴氰菊酯  | Deltamethrin     | 72.2 <sup>b</sup>  | 14.85                 | 84.8              | 12.48                 | 93.8              | 2.485                 |
| 34 | 甲基内吸磷 | Demeton-methyl   | 101.5 <sup>a</sup> | 9.672                 | 99.6              | 9.727                 | 97.2              | 6.971                 |
| 35 | 二嗪磷   | Diazinon         | 71.8               | 14.61                 | 84.3              | 12.13                 | 88.3              | 4.621                 |
| 36 | 苯氟磺胺  | Dichlofluanid    | 78.9               | 12.24                 | 89.5              | 10.22                 | 106.5             | 2.024                 |
| 37 | 敌敌畏   | Dichlorvos       | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 110.0             | 13.92                 | 108.6             | 11.01                 |
| 38 | 三氯杀螨醇 | Dicofol          | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 70.8              | 9.098                 | 70.0              | 6.886                 |
| 39 | 狄氏剂   | Dieldrin         | 81.7               | 15.02                 | 108.1             | 8.222                 | 109.5             | 5.082                 |
| 40 | 敌粉威   | Diethofencarb    | 78.9               | 16.24                 | 85.1              | 6.204                 | 103.1             | 3.624                 |
| 41 | 恶醚唑   | Difenoconazole   | 83.2               | 9.919                 | 107.5             | 8.905                 | 110.0             | 3.199                 |
| 42 | 敌莠氟芬  | Diflufenican     | 80.4               | 12.31                 | 89.7              | 11.77                 | 92.5              | 2.311                 |
| 43 | 噻节因   | Dimethipin       | 89.9               | 19.41                 | 100.8             | 14.91                 | 101.0             | 15.75                 |
| 44 | 乐果    | Dimethoate       | 79.4               | 13.72                 | 79.1              | 12.00                 | 104.9             | 3.472                 |
| 45 | 甲基毒虫畏 | Dimethylrinphos  | 78.1               | 7.033                 | 83.1              | 10.47                 | 100.2             | 8.781                 |
| 46 | 敌瘟磷   | Edifenphos       | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 88.3              | 7.765                 | 105.8             | 2.677                 |
| 47 | 异狄氏剂  | Endrin           | 90.2 <sup>a</sup>  | 12.43                 | 87.9              | 13.63                 | 89.6              | 2.343                 |
| 48 | 苯硫磷   | EPN              | 102.5              | 12.15                 | 89.1              | 5.967                 | 87.5              | 2.215                 |
| 49 | 丙草丹   | EPTC             | 73.9               | 16.35                 | 77.9              | 6.352                 | 101.5             | 3.523                 |
| 50 | 乙硫苯威  | Ethiofencarb     | 95.7               | 12.11                 | 95.2              | 11.01                 | 105.1             | 2.111                 |
| 51 | 乙硫磷   | Ethion           | 96.9               | 9.263                 | 89.9              | 6.325                 | 106.8             | 5.263                 |
| 52 | 丙线磷   | Ethoprophos      | 72.2               | 12.72                 | 83.9              | 12.20                 | 110.0             | 7.218                 |
| 53 | 乙啉硫磷  | Etrimfos         | 90.8               | 18.19                 | 97.7              | 9.537                 | 99.1              | 3.557                 |
| 54 | 氟苯啉啉醇 | Fenarimol        | 70.1               | 20.00                 | 80.2              | 10.26                 | 94.6              | 5.643                 |
| 55 | 杀螟硫磷  | Fenitrothion     | 75.5               | 15.84                 | 93.1              | 9.175                 | 102.4             | 3.915                 |
| 56 | 丰索磷   | Fensulfothion    | 81.7 <sup>a</sup>  | 15.22                 | 87.2              | 12.02                 | 109.8             | 1.522                 |
| 57 | 倍硫磷   | Fenthion         | 76.6               | 13.31                 | 80.6              | 11.59                 | 102.2             | 1.331                 |

表 I.1 (续)

| 序号 | 中文名称    | 英文名称              | 添加水平<br>0.01 mg/kg |                       | 添加水平<br>0.1 mg/kg |                       | 添加水平<br>1.0 mg/kg |                       |
|----|---------|-------------------|--------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|
|    |         |                   | 回收率/<br>%          | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% | 回收率/<br>%         | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% | 回收率/<br>%         | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% |
| 58 | 氰戊菊酯    | Fenvalerate       | 97.6               | 5.948                 | 98.6              | 4.832                 | 106.3             | 3.548                 |
| 59 | 氟硅唑     | Flusilazole       | 92.5 <sup>a</sup>  | 4.189                 | 95.1              | 8.909                 | 106.4             | 4.189                 |
| 60 | 氟酰胺     | Flutolanil        | 75.1 <sup>a</sup>  | 12.04                 | 80.2              | 10.34                 | 74.9              | 2.043                 |
| 61 | 氟胺氰菊酯   | Fluvalinate       | 89.8               | 12.957                | 90.5              | 9.326                 | 100.3             | 2.957                 |
| 62 | 灭菌丹     | Folpet            | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 79.1 <sup>d</sup> | 6.941                 | 107.9             | 2.369                 |
| 63 | 七氯      | Heptachlor        | 100 <sup>a</sup>   | 11.52                 | 95.1              | 5.273                 | 107.5             | 1.152                 |
| 64 | 益灭菌唑    | Imazalil          | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 78.1              | 5.102                 | 108.0             | 5.710                 |
| 65 | 异菌脲     | Iprodione         | 85.2               | 8.844                 | 84.2              | 8.491                 | 103.3             | 8.844                 |
| 66 | 稻土磷     | Isofenphos        | 100.6              | 9.331                 | 101.2             | 3.316                 | 103.5             | 3.310                 |
| 67 | 异丙威     | Isoprocab         | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 73.4              | 4.537                 | 110.0             | 9.768                 |
| 68 | 茉莉菊酯 I  | Jasmolin I        | 87.8 <sup>a</sup>  | 12.03                 | 93.1              | 6.33                  | 108.9             | 2.633                 |
| 69 | 茉莉菊酯 II | Jasmolin II       | — <sup>c</sup>     | — <sup>c</sup>        | 84.9 <sup>c</sup> | 7.227                 | 105.1             | 1.172                 |
| 70 | 马拉硫磷    | Malathion         | 82.8 <sup>a</sup>  | 13.82                 | 89.9              | 8.129                 | 107.8             | 7.634                 |
| 71 | 甲胺磷     | Methamidophos     | 92.4 <sup>b</sup>  | 8.424                 | 99.7              | 4.274                 | 70.6              | 5.539                 |
| 72 | 杀扑磷     | Methidathion      | 78.9               | 12.36                 | 89.9              | 6.348                 | 109.0             | 2.136                 |
| 73 | 灭梭威     | Methiocarb        | 83.5               | 12.26                 | 98.7              | 7.750                 | 110.0             | 2.726                 |
| 74 | 异丙甲草胺   | Metolachlor       | 70.7               | 20.00                 | 85.0              | 12.32                 | 104.2             | 2.024                 |
| 75 | 噻草酮     | Metribuzin        | 71.1               | 16.81                 | 90.1              | 6.181                 | 97.1              | 16.44                 |
| 76 | 灭克落     | Myclobutanil      | 75.8               | 13.93                 | 83.0              | 9.264                 | 88.8              | 3.293                 |
| 77 | 杀线威     | Oxamyl            | 102.5 <sup>b</sup> | 9.142                 | 100.2             | 4.325                 | 97.6              | 7.584                 |
| 78 | 多效唑     | Paclobutrazol     | 107.8              | 9.989                 | 90.0              | 8.860                 | 105.8             | 11.64                 |
| 79 | 对硫磷     | Parathion         | 105.0              | 11.11                 | 99.8              | 7.426                 | 100.0             | 1.711                 |
| 80 | 甲基对硫磷   | Parathion-methyl  | 96.6               | 17.12                 | 90.9              | 7.521                 | 97.3              | 1.712                 |
| 81 | 五氯硝基苯   | PCNB              | 72.3               | 15.47                 | 84.6              | 10.84                 | 85.4              | 5.407                 |
| 82 | 配那唑     | Penconazole       | 77.1               | 12.32                 | 84.9              | 11.07                 | 106.3             | 2.312                 |
| 83 | 二甲戊乐灵   | Pendimethalin     | 71.1               | 11.06                 | 89.6              | 10.10                 | 98.2              | 9.897                 |
| 84 | 氯菊酯     | Permethrin        | 82.7               | 13.82                 | 90.2              | 9.723                 | 102.3             | 3.821                 |
| 85 | 稻丰散     | Phenthoate        | 70.2               | 18.69                 | 71.9              | 10.62                 | 92.6              | 3.048                 |
| 86 | 甲拌磷     | Phorate           | 77.9               | 12.44                 | 87.9              | 9.085                 | 103.2             | 7.325                 |
| 87 | 抗蚜威     | Pirimicarb        | 88.9               | 12.55                 | 90.4              | 6.523                 | 108.3             | 2.545                 |
| 88 | 虫螨磷     | Pirimiphos-methyl | 72.4               | 16.15                 | 90.8              | 8.648                 | 100.8             | 6.983                 |

表 I.1 (续)

| 序号                                                                                                                                                                  | 中文名称    | 英文名称             | 添加水平<br>0.01 mg/kg |                       | 添加水平<br>0.1 mg/kg |                       | 添加水平<br>1.0 mg/kg |                       |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|------------------|--------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|
|                                                                                                                                                                     |         |                  | 回收率/<br>%          | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% | 回收率/<br>%         | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% | 回收率/<br>%         | 相对标准<br>偏差(RSD)/<br>% |
| 89                                                                                                                                                                  | 丙氯灵     | Prochloraz       | 85.5               | 12.62                 | 87.3              | 10.79                 | 98.4              | 8.829                 |
| 90                                                                                                                                                                  | 氧环三宝    | Propiconazole    | 71.8               | 14.35                 | 91.1              | 11.81                 | 110.0             | 4.035                 |
| 91                                                                                                                                                                  | 除虫菊酯 I  | Pyrethrin I      | — <sup>e</sup>     | — <sup>e</sup>        | 88.5 <sup>c</sup> | 15.51                 | 99.4              | 1.594                 |
| 92                                                                                                                                                                  | 除虫菊酯 II | Pyrethrin II     | — <sup>e</sup>     | — <sup>e</sup>        | 86.1 <sup>c</sup> | 4.159                 | 101.2             | 2.551                 |
| 93                                                                                                                                                                  | 啉斑肟     | Pyrfenox         | 100.8              | 6.775                 | 94.9              | 9.714                 | 102.3             | 10.37                 |
| 94                                                                                                                                                                  | 达螨酮     | Pyridaben        | 105.1              | 13.24                 | 90.2              | 8.826                 | 106.5             | 3.246                 |
| 95                                                                                                                                                                  | 喹禾灵     | Quizalofop-ethyl | 70.1               | 12.78                 | 87.4              | 5.128                 | 107.7             | 11.35                 |
| 96                                                                                                                                                                  | 稀禾啶     | Sethoxydim       | 77.4               | 9.596                 | 91.0              | 4.595                 | 110.0             | 12.06                 |
| 97                                                                                                                                                                  | 立克莠     | Tebuconazole     | 84.6               | 9.043                 | 91.9              | 3.904                 | 106.8             | 10.87                 |
| 98                                                                                                                                                                  | 特氯啶     | Terbacil         | 107                | 14.61                 | 100.1             | 4.619                 | 110.0             | 10.01                 |
| 99                                                                                                                                                                  | 叔丁硫磷    | Terbufos         | 96.3               | 6.112                 | 90.7              | 6.925                 | 84.8              | 1.611                 |
| 100                                                                                                                                                                 | 杀草丹     | Thiobencarb      | 110.0              | 11.44                 | 92.6              | 7.972                 | 97.0              | 1.494                 |
| 101                                                                                                                                                                 | 二甲硫吸磷   | Thiometon        | 77.6               | 13.29                 | 85.7              | 11.21                 | 101.7             | 11.99                 |
| 102                                                                                                                                                                 | 甲基托氯磷   | Tolclofos-methyl | 83.3               | 16.47                 | 96.5              | 4.673                 | 102.5             | 9.867                 |
| 103                                                                                                                                                                 | 三唑醇     | Triadimenol      | 70.3 <sup>a</sup>  | 17.34                 | 83.4              | 12.86                 | 109.3             | 10.24                 |
| 104                                                                                                                                                                 | 敌百虫     | Trichlorfon      | 86.8 <sup>b</sup>  | 7.955                 | 79.9              | 12.02                 | 82.5              | 4.755                 |
| 105                                                                                                                                                                 | 特富灵     | Triflumizole     | — <sup>e</sup>     | — <sup>e</sup>        | 87.5              | 10.44                 | 110.0             | 7.786                 |
| 106                                                                                                                                                                 | 三氟草灵    | Trifluralin      | 95.9               | 13.71                 | 96.0              | 11.68                 | 100.6             | 5.371                 |
| 107                                                                                                                                                                 | 蚜灭多     | Vamidothion      | 106.2              | 8.278                 | 100.9             | 10.25                 | 109.5             | 3.878                 |
| <sup>a</sup> 添加浓度为 0.02 mg/kg。<br><sup>b</sup> 添加浓度为 0.05 mg/kg。<br><sup>c</sup> 添加浓度为 0.2 mg/kg。<br><sup>d</sup> 添加浓度为 0.5 mg/kg。<br><sup>e</sup> 标“—”为方法检出限高于此水平。 |         |                  |                    |                       |                   |                       |                   |                       |

**M** **美析仪器**  
**MACY** MACY INSTRUMENT  
**专业光度计系列生产厂家**  
HTTP://www.macylab.com TEL: 400-016-4686

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
水果和蔬菜中多种农药残留量的测定

GB/T 5009.218—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

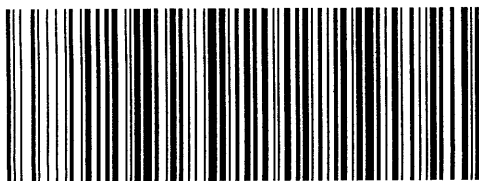
开本 880×1230 1/16 印张 3.25 字数 87 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号:155066·1-36154 定价 34.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.218-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.219—2008

## 粮谷中矮壮素残留量的测定

Determination of the residues of chlorcholine chloride in cereals

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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



中华人民共和国  
国家标准

粮谷中矮壮素残留量的测定

GB/T 5009.219—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36071 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

## 前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国烟台出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李立、隋涛、王洪来、孙军、王洪兵、储晓刚。



## 粮谷中矮壮素残留量的测定

### 1 范围

本标准规定了粮谷中矮壮素残留量的测定方法。

本标准适用于玉米、荞麦中矮壮素残留量的测定。

本标准对玉米、荞麦中矮壮素残留的检出限为 0.01 mg/kg, 线性范围为 0.005 mg/L ~ 1.00 mg/L。

### 2 原理

根据矮壮素的溶解性用甲醇提取试样, 提取液经氧化铝柱净化, 与苯硫钠反应生成衍生物后, 用配有质量选择检测器的气相色谱仪(GC-MSD)测定, 外标法定量。

### 3 试剂和材料

除非另有说明, 所有试剂均为分析纯, 水为一级水(电导率<sub>25℃</sub> ≤ 0.01 mS/m)。

3.1 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ): 于 650 °C 灼烧 4 h, 冷却后贮于干燥器中备用。

3.2 中性氧化铝( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ): 650 °C 灼烧 4 h, 贮于密封容器中, 使用前在 130 °C 下烘 2 h, 贮于干燥器内冷却备用。

3.3 苯硫钠( $\text{C}_6\text{H}_5\text{SNa}$ )。

3.4 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ )。

3.5 2-丁酮( $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$ )。

3.6 6 mg/mL 苯硫钠的 2-丁酮溶液: 称取 0.6 g 苯硫钠于具塞三角瓶中, 加入 100 mL 经无水硫酸钠脱水的 2-丁酮。

3.7 矮壮素( $\text{C}_5\text{H}_{13}\text{NCl}_2$ )标准品: 纯度 > 98.0%, CAS 为 999-81-5。

3.8 矮壮素标准溶液: 准确称取适量的矮壮素标准品, 精确至 0.000 1 g, 用甲醇配制成浓度为 100 mg/L 的标准储备液, 根据需要再用甲醇稀释成适当浓度的标准溶液, 保存于 4 °C 冰箱中, 可使用 90 d。

### 4 仪器

4.1 气相色谱-质谱联用仪: 配有电子轰击离子源(EI 源)。

4.2 超声波提取器。

4.3 中性氧化铝柱: 12.5 cm × 1.5 cm (内径), 具砂芯, 柱内装 3 cm 高的中性氧化铝。

4.4 离心管: 5 mL, 具磨口塞。

4.5 旋转蒸发器。

### 5 分析步骤

#### 5.1 提取

称取粉碎并通过 2.0 mm 圆孔筛的试样 20 g (精确至 0.01 g) 于 250 mL 具塞锥形瓶中, 加入 60 mL 甲醇, 于超声波提取器上提取 20 min, 提取液经 2 g 无水硫酸钠过滤。分别 2 次用 20 mL 甲醇洗具塞锥

形瓶和无水硫酸钠,合并滤液。

## 5.2 净化

上述提取液注入氧化铝柱(4.3),收集全部流出液。分别2次用10 mL 甲醇洗柱,合并流出液,于旋转蒸发器上蒸发至近干,用甲醇转移至5 mL 离心管中,用氮气吹干备用。

## 5.3 衍生化

在氮气保护下将2 mL 6 mg/mL 苯硫钠的2-丁酮溶液加入上述离心管(5.2)中,于80 ℃水浴上反应30 min,冷却至室温,经0.45 μm 滤膜过滤供色谱测定。

## 5.4 标准工作液的制备

准确吸取适量的标准溶液至具塞离心管中,氮气吹干,在氮气保护下,将2 mL 6 mg/mL 苯硫钠的2-丁酮溶液加入上述离心管中,于80 ℃水浴上反应30 min,冷却至室温,经0.45 μm 滤膜过滤供色谱测定。

## 5.5 色谱分析

### 5.5.1 气相色谱-质谱条件

- a) 毛细管色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm(膜厚),HP-5 MS 柱。
- b) 进样口温度:250 ℃。
- c) 检测器温度:280 ℃。
- d) 柱温:50 ℃(2 min)  $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  230 ℃(9 min)。
- e) 载气:氮气,纯度≥99.999%,1 mL/min。
- f) 进样量:1 μL。
- g) 电离方式:EI。
- h) 电离能量:70eV。
- i) 选择监测离子(m/z):91、109、124。
- j) 测定方式:选择离子监测方式。
- k) 进样方式:无分流进样,1.5 min 后开阀。

### 5.5.2 气相色谱-质谱测定

根据样液中被测物含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液,按5.5.1条件进行色谱分析。标准工作液和待测样液中矮壮素的响应值均应在仪器线性范围内。对标准工作液与样液等体积进样测定。在上述气相色谱-质谱条件下,矮壮素保留时间约为6.4 min。矮壮素标准品衍生物的气相色谱-质谱图参见图A.1、图A.2。

### 5.5.3 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

## 6 结果计算

试样中矮壮素含量按式(1)计算:

$$X = \frac{A \times V \times c}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中矮壮素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A——样液中矮壮素衍生物的峰面积;

V——最终样液的体积,单位为毫升(mL);

c——标准溶液中矮壮素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

A<sub>s</sub>——标准工作液中矮壮素衍生物的峰面积;

m——最终样液相当的试样量,单位为克(g)。

注:计算结果需扣除空白值。

计算结果保留到小数点后两位。

## 7 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 10%。



附 录 A  
(资料性附录)

矮壮素标准品衍生物的气相色谱-质谱图

矮壮素标准品衍生物的气相色谱-质谱图见图 A.1~图 A.2。

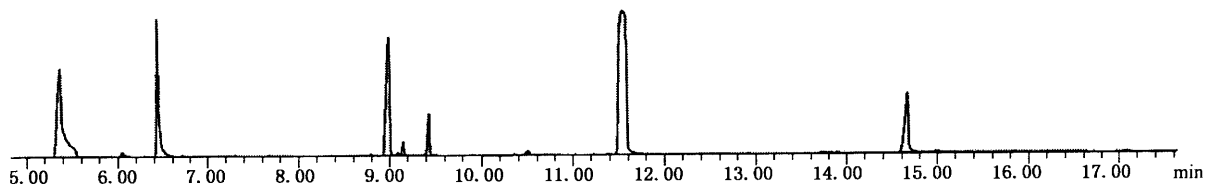


图 A.1 矮壮素标准品衍生物的选择离子色谱图

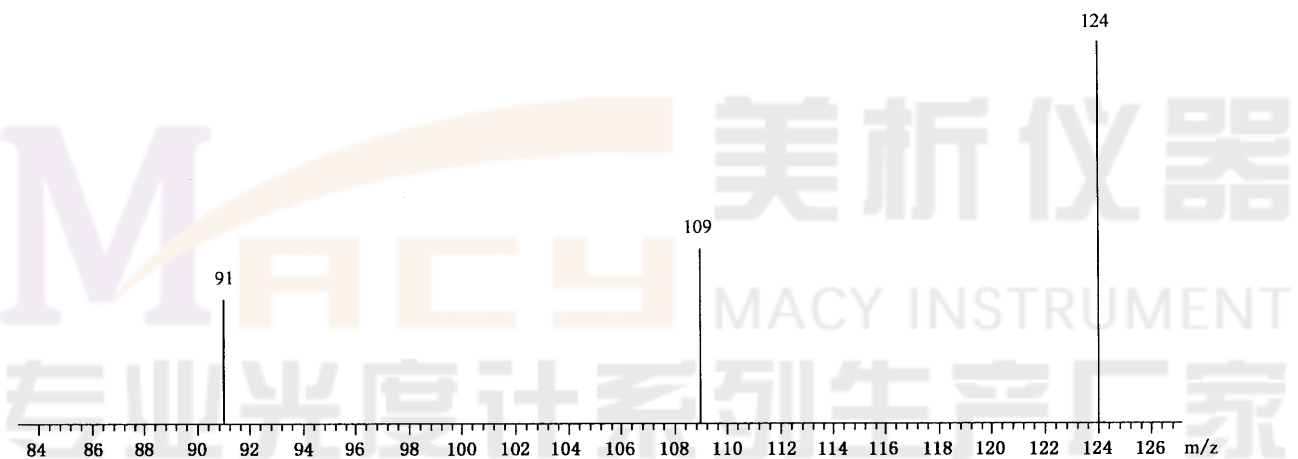
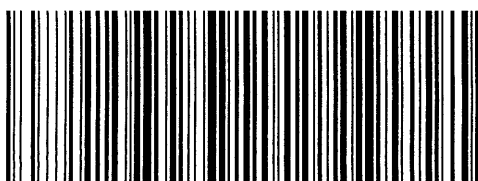


图 A.2 矮壮素标准品衍生物的选择离子质谱图



GB/T 5009.219-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066 • 1-36071

定价: 10.00 元



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.220—2008

## 粮谷中敌菌灵残留量的测定

Determination of the residues of anilazine in cereals

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

本标准参考了《日本食品中农药残留限量及检验方法》和 AOAC 988.04《农药制剂中的敌菌灵》，本标准与上述方法的一致性程度为非等效。

本标准附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国烟台出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李立、隋涛、曹鹏、张化海、王洪兵、储晓刚。



## 粮谷中敌菌灵残留量的测定

### 1 范围

本标准规定了粮谷中敌菌灵残留量的测定方法。

本标准适用于玉米、大米中敌菌灵残留量的测定。

本标准在玉米、大米中检出限为 0.002 mg/kg, 线性范围为 0.010 mg/L~0.200 mg/L。

### 第一法 气相色谱法

### 2 原理

根据敌菌灵的溶解性用乙腈提取试样, 提取液经二氯甲烷反提取, 旋转蒸干后以正己烷溶解, 用配有电子俘获检测器的气相色谱仪(GC-ECD)测定, 外标法定量。

### 3 试剂和材料

除非另有说明, 所用试剂均应为分析纯, 水为一级水(电导率<sub>25℃</sub> ≤ 0.01 mS/m)。

3.1 乙腈( $\text{CH}_3\text{CN}$ )。

3.2 二氯甲烷( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ )。

3.3 正己烷( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ )。

3.4 饱和氯化钠溶液。

3.5 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ): 于 650 °C 灼烧 4 h, 冷却后贮于干燥器中备用。

3.6 敌菌灵标准品( $\text{C}_6\text{H}_2\text{Cl}_3\text{O}$ ): 纯度 ≥ 99%。

3.7 敌菌灵标准溶液: 准确称取适量的敌菌灵标准品, 精确至 0.000 1 g, 用少量丙酮溶解, 用正己烷定容成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液, 再根据需要用正己烷稀释成适当的不同浓度的标准工作溶液, 保存于 4 °C 冰箱中, 可使用 90 d。

### 4 仪器

4.1 气相色谱仪: 配有电子捕获检测器(ECD)。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 振荡器。

4.4 分液漏斗: 500 mL。

### 5 分析步骤

#### 5.1 提取净化

称取粉碎并通过 2.0 mm 圆孔筛的试样 10 g(精确至 0.1 g), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 70 mL 乙腈, 在振荡器上振荡 30 min, 过滤, 分别用 20 mL、15 mL 乙腈清洗锥形瓶, 过滤。合并滤液至装有 300 mL 水及 25 mL 饱和氯化钠溶液的 500 mL 分液漏斗中, 用二氯甲烷提取 3 次(每次用量 40 mL), 合并二氯甲烷溶液, 过装有 2 g 无水硫酸钠的玻璃柱, 收集流出液, 于 30 °C 旋转蒸发至干, 用正己烷溶解残渣并定容至 1.0 mL, 此溶液供气相色谱测定。

## 5.2 色谱分析

### 5.2.1 色谱参考条件

- 毛细管色谱柱: DB 1701, 30 m×0.32 mm(内径)×0.25 μm(膜厚)。
- 进样口温度: 260 ℃。
- 检测器温度: 300 ℃。
- 柱温: 100 ℃(0.5 min)  $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$  200 ℃  $\xrightarrow{30\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$  230 ℃(5 min)。
- 载气: 氮气, 纯度≥99.99%。
- 进样量: 1 μL。

### 5.2.2 色谱测定

根据样液中被测物含量情况, 选定浓度相近的标准工作溶液, 按 5.2.1 条件进行色谱分析, 标准工作液和待测样液中敌菌灵的响应值均应在仪器的线性范围内, 敌菌灵标准物的气相色谱图参见图 A. 1。

如果测试的样品较多, 应使标准工作液和样品溶液穿插进样。

### 5.2.3 空白试验

除不加试样外, 均按上述测定步骤进行。

## 6 结果计算

试样中敌菌灵含量按式(1)计算:

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$X$ ——试样中敌菌灵含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

$A$ ——样液中敌菌灵的峰面积(或峰高);

$c$ ——标准工作液中敌菌灵的浓度, 单位为微克每毫升(μg/mL);

$V$ ——样液定容体积, 单位为毫升(mL);

$A_s$ ——标准工作液中敌菌灵的峰面积(或峰高);

$m$ ——样品质量, 单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

## 7 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 10%。

## 第二法 气相色谱-质谱法

## 8 原理

根据敌菌灵的溶解性用乙腈提取试样, 提取液经二氯甲烷反提取, 旋转蒸干后以正己烷溶解, 用配有质量选择检测器的气相色谱仪(GC-MSD)测定, 外标法定量, 采用选择离子检测进行确证。

## 9 试剂和材料

除另有规定外, 所有试剂应为分析纯, 水为一级水(电导率<sub>25℃</sub>≤0.01 mS/m)。

### 9.1 乙腈(CH<sub>3</sub>CN)。

### 9.2 二氯甲烷(CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)。

### 9.3 正己烷(C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>)。

### 9.4 饱和氯化钠溶液。

9.5 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ):于650℃灼烧4h,冷却后贮于干燥器中备用。

9.6 敌菌灵标准品( $\text{C}_6\text{H}_2\text{Cl}_3\text{O}$ ):纯度 $\geq 99\%$ 。

9.7 敌菌灵标准溶液:准确称取适量的敌菌灵标准品,精确至0.0001g,用少量丙酮溶解,用正己烷定容成浓度为1.0mg/mL的标准储备液,再根据需要用正己烷稀释成适当的不同浓度的标准工作溶液,保存于4℃冰箱中,可使用90d。

## 10 仪器

10.1 气相色谱-质谱联用仪:配有电子轰击离子源(EI源)。

10.2 旋转蒸发器。

10.3 振荡器。

10.4 分液漏斗:500mL。

## 11 分析步骤

### 11.1 提取净化

称取粉碎并通过2.0mm圆孔筛的试样10g,精确至0.1g,置于250mL锥形瓶中,加入70mL乙腈,在振荡器上振荡30min,过滤,分别用20mL、15mL乙腈清洗锥形瓶,过滤。合并滤液至装有300mL水及25mL饱和氯化钠溶液的500mL分液漏斗中。用二氯甲烷提取3次(每次用量40mL),合并二氯甲烷溶液,过装有2g无水硫酸钠的玻璃柱,收集流出液,于30℃旋转蒸发至干,用正己烷溶解残渣并定容到1.0mL,此溶液供气相色谱-质谱测定。

### 11.2 色谱分析

#### 11.2.1 色谱-质谱条件

a) 色谱柱:30m $\times$ 0.25mm(内径) $\times$ 0.25 $\mu\text{m}$ (膜厚),HP-5石英毛细管柱。

b) 柱温:50℃(2min) $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 230℃(9min)。

c) 进样口温度:250℃。

d) 色谱-质谱接口温度:280℃。

e) 载气:氦气,纯度 $\geq 99.999\%$ ,1mL/min。

f) 电离方式:EI。

g) 电离能量:70eV。

h) 测定方式:选择离子监测方式。

i) 选择监测离子( $m/z$ ):178、239、241。

j) 进样方式:无分流进样,1.5min后开阀。

k) 进样量:1 $\mu\text{L}$ 。

#### 11.2.2 气相色谱-质谱测定及阳性结果确证

根据样液中被测物含量情况,选择浓度相近的标准工作溶液,标准工作溶液和待测样液中敌菌灵的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对标准工作溶液与样液等体积穿插进样测定。在上述气相色谱-质谱条件下,敌菌灵的保留时间约为13.2min。如果样液与标准工作溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据选择离子 $m/z$ 178、239、241(其丰度比30:100:67)对其确证。敌菌灵标准物的气相色谱-质谱图参见图B.1和图B.2。

#### 11.2.3 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

## 12 结果计算

试样中敌菌灵含量按式(2)计算:

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X$ ——试样中敌菌灵含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A$ ——样液中敌菌灵的峰面积(或峰高);

$c$ ——标准工作液中敌菌灵的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——样液定容体积,单位为毫升(mL);

$A_s$ ——标准工作液中敌菌灵峰面积(或峰高);

$m$ ——样品质量,单位为克(g)。

计算结果保留小数点后两位。

### 13 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 10 %。



附录 A  
(资料性附录)  
敌菌灵标准物气相色谱图

敌菌灵标准物的气相色谱图见图 A.1。

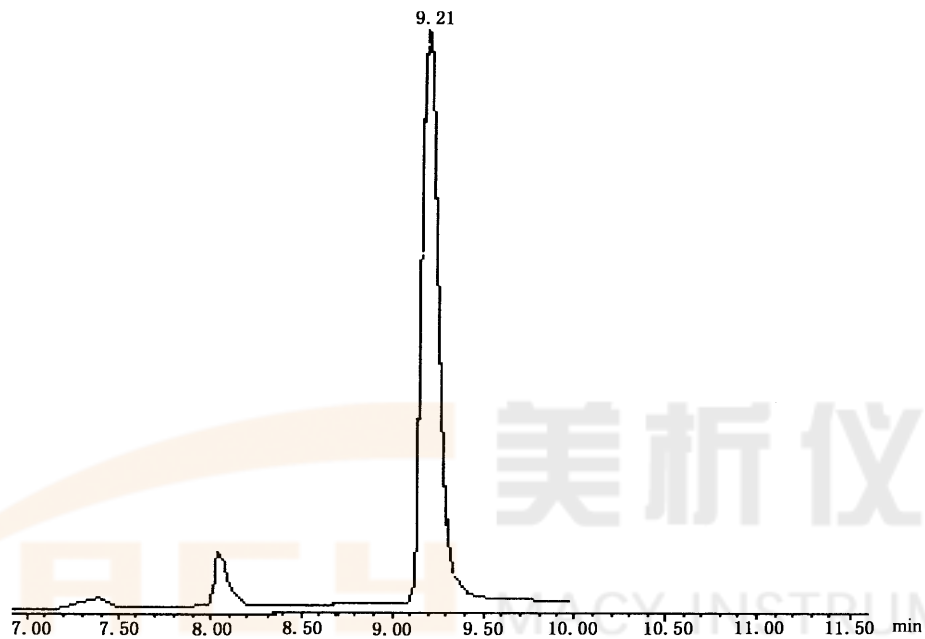


图 A.1 敌菌灵标准物气相色谱图

附录 B  
(资料性附录)

敌菌灵标准物气相色谱-质谱图

敌菌灵标准物的气相色谱-质谱图见图 B.1～图 B.2。

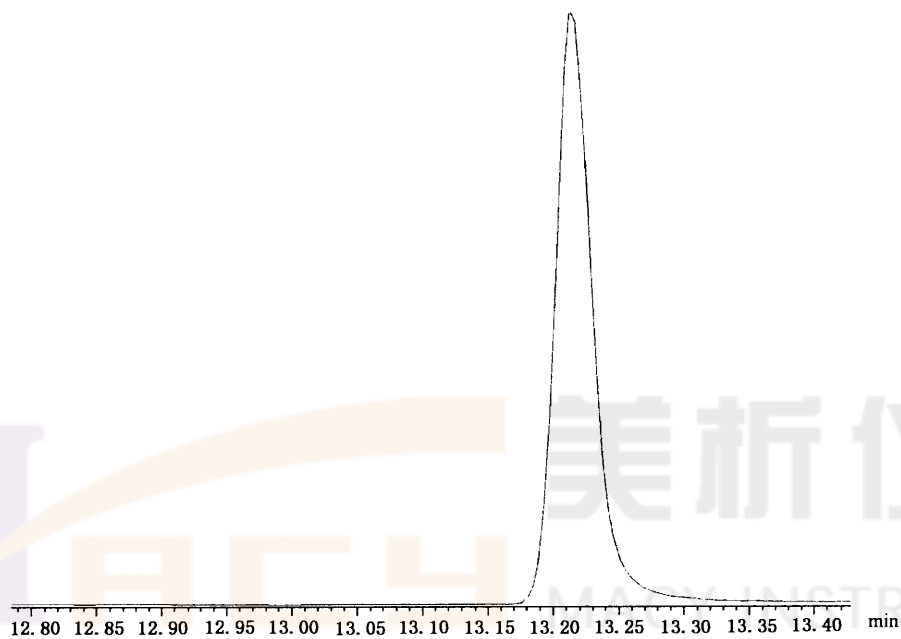


图 B.1 敌菌灵标准物的选择离子色谱图

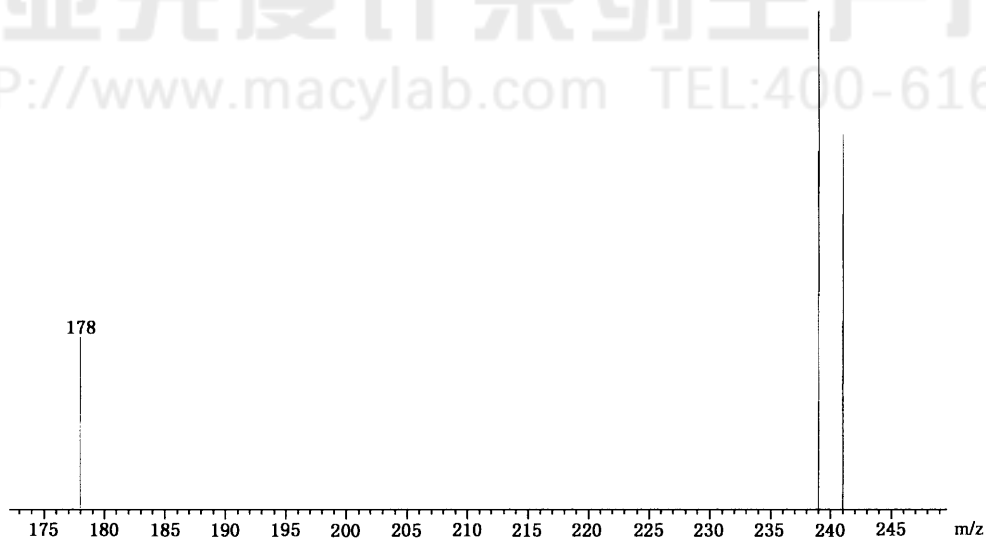


图 B.2 敌菌灵标准物的选择离子质谱图



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
粮谷中敌菌灵残留量的测定

GB/T 5009.220—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2009 年 3 月第一版 2009 年 3 月第一次印刷

\*

书号: 155066 · 1-36155 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68533533



GB/T 5009.220—2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.221—2008

## 粮谷中敌草快残留量的测定

Determination of the residues of diquat in cereals

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中华人民共和国烟台出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李立、隋涛、张化海、王洪来、王洪兵、储晓刚。



## 粮谷中敌草快残留量的测定

### 1 范围

本标准规定了粮谷中敌草快残留量的测定方法。

本标准适用于玉米、大麦中敌草快残留量的测定。

本标准的检出限为 0.005 mg/kg, 线性范围为 0.001 mg/L~0.100 mg/L。

### 2 原理

根据敌草快的溶解性及稳定性, 用 95% 乙醇提取敌草快, 与硼氢化钠反应后, 用三氯甲烷萃取, 除去三氯甲烷, 以正己烷定容, 气相色谱-质谱检测器测定, 外标法定量, 采用选择离子检测进行确证和定量。

### 3 试剂和材料

除另有规定外, 所有试剂应为分析纯(有机溶剂需重蒸馏), 水为一级水(电导率<sub>25℃</sub> ≤ 0.01 mS/m)。

3.1 正己烷( $C_6H_{14}$ )。

3.2 三氯甲烷( $CHCl_3$ )。

3.3 硼氢化钠( $NaBH_4$ )。

3.4 盐酸溶液: 2 mol/L。

3.5 氢氧化钠溶液: 5 mol/L。

3.6 无水硫酸钠( $Na_2SO_4$ ): 经 650 °C 灼烧 4 h 后置于干燥器中。

3.7 95% 乙醇溶液。

3.8 敌草快二溴盐标准品: 纯度 ≥ 99%, CAS 为 6385-62-2。

3.9 敌草快标准溶液: 准确称取适量敌草快二溴盐标准品, 精确至 0.000 1 g, 以 1 mL 水溶解后用 95% 乙醇溶液配制成浓度为 100 μg/mL 的标准储备液, 根据需要再配成适用浓度的标准工作溶液, 保存于 4 °C 冰箱中, 可使用 90 d。

### 4 仪器

4.1 气相色谱-质谱联用仪: 配(EI 源)。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 涡旋混合器。

4.4 平底烧瓶: 100 mL。

4.5 平底烧瓶: 50 mL。

4.6 分液漏斗: 125 mL。

4.7 高速分散均质机。

### 5 分析步骤

#### 5.1 提取净化

称取磨碎混匀(过 2.0 mm 圆孔筛)试样 5 g(精确至 0.01 g)于 100 mL 平底烧瓶中, 加入 30 mL 95% 乙醇溶液, 均质 3 min。加入 50 mg 硼氢化钠, 振荡 40 min 后加入 4 mL 盐酸(2 mol/L)溶液, 以 5 mL 95% 乙醇溶液冲洗烧瓶并抽滤两次。合并滤液于 35 °C 水浴旋转蒸发除去乙醇, 残留水层移入

125 mL 分液漏斗,再以 2×5 mL 水冲洗烧瓶,洗液并入分液漏斗,用每次 30 mL 三氯甲烷多次萃取至三氯甲烷层无色并弃去三氯甲烷层,水层加入 2 mL 氢氧化钠溶液(5 mol/L),以 20 mL 三氯甲烷萃取后将三氯甲烷层放入已预先加入 3 滴 2 mol/L 盐酸的 50 mL 平底烧瓶中,小心摇匀后于旋转蒸发器上蒸除三氯甲烷。再以 20 mL 三氯甲烷萃取并将三氯甲烷层放入上述已预先加入 3 滴 2 mol/L 盐酸的 50 mL 平底烧瓶中,小心摇匀后于旋转蒸发器上蒸除三氯甲烷。再以 2 mL 水仔细冲洗烧瓶内壁,准确加入 2 mL 正己烷和 3 滴氢氧化钠溶液(5 mol/L),振荡提取 1 min 静置分层后,取正己烷层加入适量无水硫酸钠,供 GC-MS 测定。标准溶液的制备过程与以上步骤相同(无须均质)。

## 5.2 色谱测定

### 5.2.1 色谱参考条件

- 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm(膜厚),HP-5MS 柱或相当者。
- 色谱柱温度:60 °C(2min) $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 230 °C(3 min)。
- 进样口温度:250 °C。
- 载气:氮气,纯度≥99.999%,2 mL/min。
- 色谱-质谱接口温度:280 °C。
- 电离方式:EI。
- 电离能量:70 eV。
- 测定方式:选择离子检测方式。
- 选择监测离子(m/z):108、135、189、190。
- 进样方式:无分流进样,1.5 min 后开阀。
- 进样量:1 μL。

### 5.2.2 气相色谱-质谱测定及阳性结果确证

根据样液中被测物含量情况,选择浓度相近标准溶液,标准工作溶液和待测样液中敌草快的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对标准工作溶液与样液等体积进样测定。在上述气相色谱-质谱条件下,敌草快保留时间约为 6.8 min。如果样液与标准工作溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据选择离子(m/z) 108、135、189、190(丰度比约为 100:33:23:55)对其确证。敌草快标准物的气相色谱-质谱图参见图 A.1 和图 A.2。

### 5.2.3 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

## 6 结果计算

试样中敌草快含量按式(1)计算:

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样中敌草快含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A——样液中敌草快的峰面积(或峰高);

c——标准工作液中敌草快的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

A<sub>s</sub>——标准工作液中敌草快峰面积(或峰高);

m——最终样液代表的试样量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

## 7 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 10%。

附录 A  
(资料性附录)  
敌草快标准物气相色谱-质谱图

敌草快标准物气相色谱-质谱图见图 A.1~图 A.2。

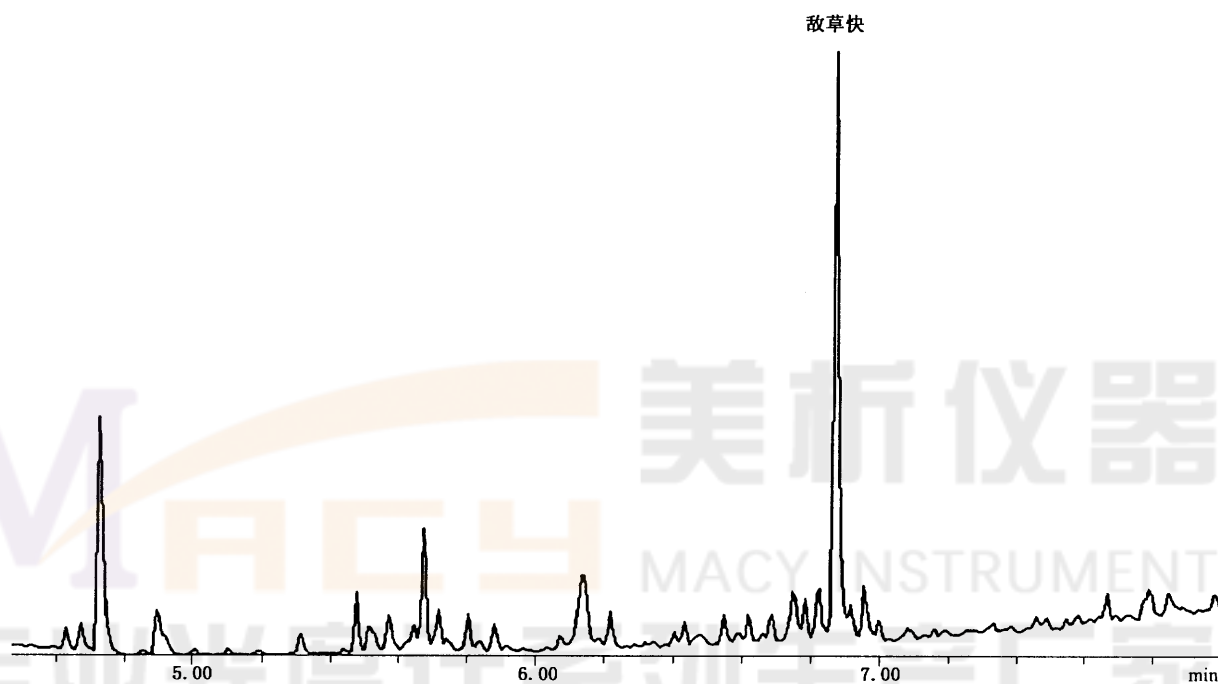


图 A.1 敌草快标准物的选择离子色谱图

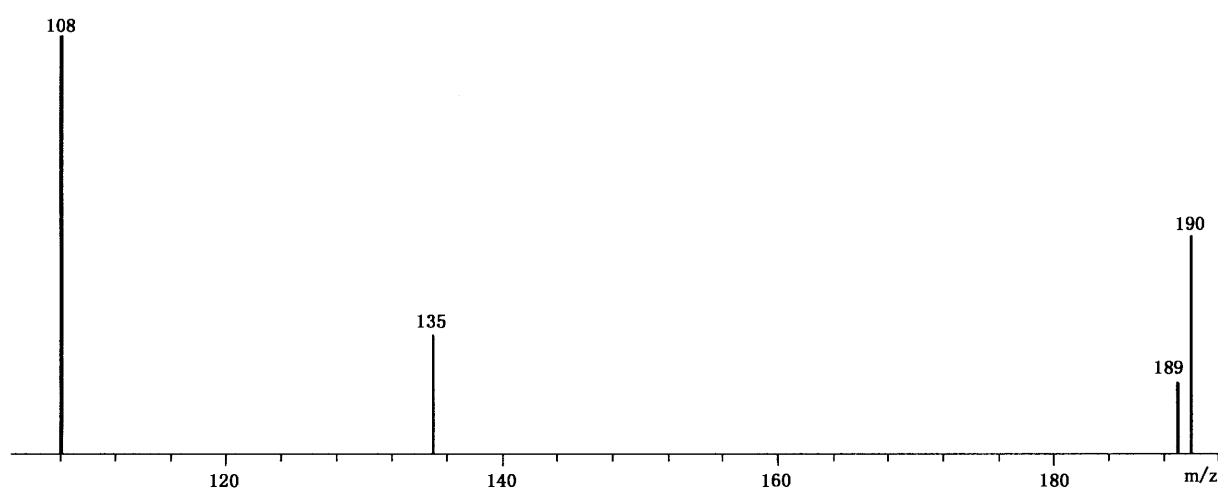


图 A.2 敌草快标准物的选择离子质谱图



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
粮谷中敌草快残留量的测定  
GB/T 5009.221—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36072 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.221-2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.222—2008

## 红曲类产品中桔青霉素的测定

Determination of citrinin in *Monascus* products

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

本标准的附录 A 、附录 B 为资料性附录。

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：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、江南大学。

本标准主要起草人：李凤琴、许赣荣、李玉伟、陈蕴。



## 红曲类产品中桔青霉素的测定

### 1 范围

本标准规定了红曲类产品中桔青霉素的测定方法。

本标准适用于红曲米、红曲红(固态、液态)、红曲发酵液和用红曲菌生产的保健食品中桔青霉素的测定。

本标准对液态样品中桔青霉素的定量限为 50  $\mu\text{g/L}$ ,对固态样品中桔青霉素的定量限为 1  $\text{mg/kg}$ 。

### 2 原理

液态红曲类样品经乙醇提取、离心、过滤后经高效液相色谱仪(HPLC)分析;固态红曲类样品经甲苯-乙酸乙酯-甲酸提取、超声波萃取、离心、过滤后经 HPLC 分析,外标法定量。

### 3 试剂

除非另有规定,本标准中所用试剂均为分析纯。

- 3.1 桔青霉素( $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{O}_5$ )标准品:纯度 $>99\%$ 。
- 3.2 乙腈( $\text{CH}_3\text{CN}$ ):色谱纯。
- 3.3 磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ):色谱纯。
- 3.4 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ):色谱纯。
- 3.5 甲苯( $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$ )。
- 3.6 乙酸乙酯( $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ )。
- 3.7 甲酸( $\text{CH}_2\text{O}_2$ )。
- 3.8 超纯水( $\text{H}_2\text{O}$ ):电阻率 $\geq 18.3 \text{ M}\Omega/\text{cm}$ 。
- 3.9 无水乙醇( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ):色谱纯。
- 3.10 复合萃取剂(TEF):甲苯-乙酸乙酯-甲酸(7+3+1),配制方法是将 7 份体积的甲苯(3.5)、3 份体积乙酸乙酯(3.6)和 1 份体积的甲酸(3.7)混合而成。
- 3.11 桔青霉素标准溶液:准确称取 0.005 0 g 的桔青霉素标准品(3.1)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容,制成 50  $\text{mg/L}$  的桔青霉素标准储备液。取一定量的储备液用甲醇稀释 10 倍,制成 5  $\text{mg/L}$  的标准工作液。储备液和工作液密封后 4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱避光保存,工作液现用现配。工作液从冰箱取出后应于室温下至少放置 10 min,涡旋混匀后方可使用。将标准储备液用甲醇系列稀释后,配成质量浓度为 0.1  $\text{mg/L}$ 、0.25  $\text{mg/L}$ 、1  $\text{mg/L}$ 、5  $\text{mg/L}$ 、10  $\text{mg/L}$  的标准工作溶液用于制作标准曲线。

### 4 仪器和设备

- 4.1 配有荧光检测器的高效液相色谱系统。
- 4.2 超声波细胞破碎仪。
- 4.3 电子天平(感量 0.000 1 g)。
- 4.4 pH 计(精度 0.01)。
- 4.5 匀浆器。
- 4.6 离心机。
- 4.7 旋转蒸发仪。
- 4.8 微孔有机滤膜(孔径 0.45  $\mu\text{m}$ )。

4.9 数显恒温水浴锅(温度精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ )。

4.10 涡旋混匀器。

4.11 磁力搅拌器。

## 5 分析步骤

### 5.1 样品提取

#### 5.1.1 液态红曲样品

将带有菌丝体的液态发酵红曲样品匀浆后用吸量管吸取 10 mL(液态红曲红样品直接取样 10 mL),置于 50 mL 具塞试管中,加入 20 mL 无水乙醇,60  $^{\circ}\text{C}$  水浴加热 1 h(期间不断振摇),冷却至室温后转入塑料离心管中,3 000 r/min 离心 15 min,上清液经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后进行 HPLC 分析。

#### 5.1.2 固态红曲制品

用电子天平(4.3)准确称取一定量固态红曲样品(色素用红曲米为 2 g,用红曲菌生产的保健食品为 3 g,酿酒用曲为 3 g)于 50 mL 具塞比色管中,加入 20 mL TEF 溶液(3.10),超声提取 10 min(强度 40%,工作 5 s,间隔 5 s),3 000 r/min 离心 20 min,上清液转入 50 mL 具塞试管中,残渣用 15 mL TEF 溶液(3.10)同上述步骤再提取两次,合并三次提取上清液于 50 mL 具塞比色管中,40  $^{\circ}\text{C}$  真空浓缩(4.7)至干后加入 30 mL 甲醇溶解,经微孔有机滤膜(4.8)过滤后进行 HPLC 分析。

准确称取 1 g 粉状红曲红或红曲黄色素样品,在磁力搅拌下缓缓加到盛有 20 mL TEF 溶液(3.10)的烧杯中,继续搅拌 30 min 后,3 000 r/min 离心 20 min,以下按固态红曲样品同样的方法自“上清液转入 50 mL 具塞试管中”起,依法操作。

### 5.2 测定

#### 5.2.1 液相色谱分析条件

色谱柱: $\text{C}_{18}$  色谱柱(150 mm $\times$ 4.6 mm,粒度 5  $\mu\text{m}$ );

柱温:28  $^{\circ}\text{C}$ ;

流动相:乙腈(3.2)+水(3.8)=35+65,水用色谱纯磷酸(3.3)调 pH 至 2.5;

流速:1.0 mL/min;

检测器:荧光检测器,激发波长 331 nm,发射波长 500 nm;

进样量:20  $\mu\text{L}$ 。

#### 5.2.2 色谱分析

分别将 20  $\mu\text{L}$  不同质量浓度(0.1 mg/L、0.25 mg/L、1 mg/L、5 mg/L、10 mg/L)的桔青霉素标准溶液(3.11)及制备后的样品溶液(5.1)注入液相色谱仪中,以保留时间定性,以桔青霉素质量浓度与相对应的峰面积绘制工作曲线,获得线性回归方程及相关系数,以此计算样品中的桔青霉素含量。

由于 HPLC 分析中采用了荧光检测器,样品中的杂质对桔青霉素的出峰基本无干扰,因此一般情况下无需确证,必要时用液相色谱-质谱进行确证,条件如下:

- 毛细管电压:3.78 kV;
- 锥孔电压:30 V;
- 射频透镜电压:0.5 V;
- 萃取锥孔电压:5 V;
- 离子源温度:100  $^{\circ}\text{C}$ ;
- 脱溶剂气温度:250  $^{\circ}\text{C}$ ;
- 脱溶剂气流量:320 L/h;
- 电子倍增电压:650 V;
- 相对分子质量范围:100~500。

桔青霉素的液相色谱图参见附录 A,质谱图参见附录 B。

## 6 结果计算

### 6.1 固态样品中桔青霉素的含量按式(1)计算:

$$c_1 = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c_1$ ——样品中桔青霉素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$c$ ——仪器检测的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$ ——最终定容体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——样品质量,单位为克(g)。

### 6.2 液态红曲样品中桔青霉素的浓度按式(2)计算:

$$c_2 = c \times \frac{V_2}{V_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$c_2$ ——液态样品中桔青霉素浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$c$ ——仪器检测的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V_2$ ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——移取的样品体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。

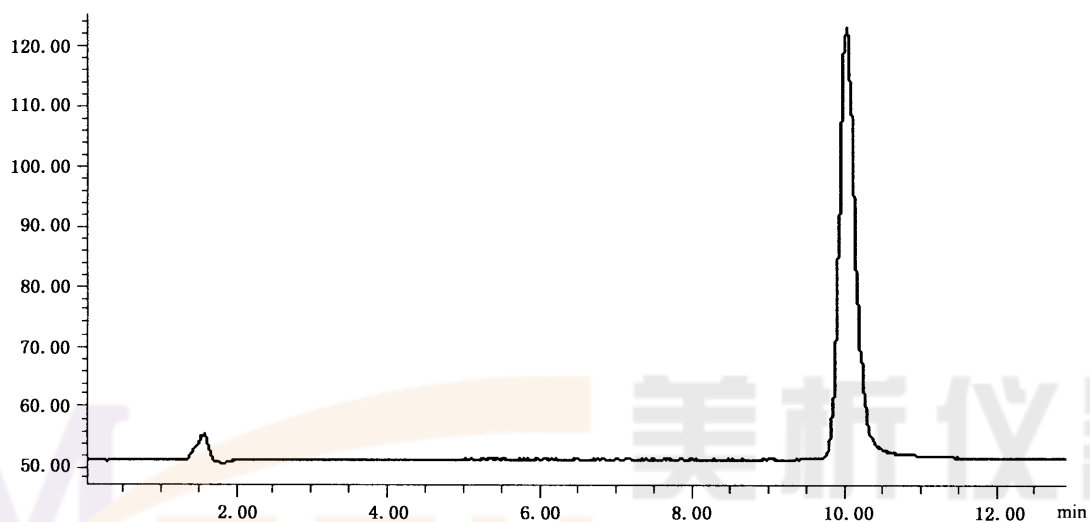
## 7 精密度

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10%。

附录 A  
(资料性附录)

桔青霉素的液相色谱图

A.1 桔青霉素标准液相色谱图见图 A.1。



注：标准溶液浓度为 2.5 mg/L, 注射 10  $\mu$ L, 相当于 25 ng, 保留时间约为 10.00 min。

图 A.1 桔青霉素标准液相色谱图

A.2 红曲样品中桔青霉素液相色谱图见图 A.2。

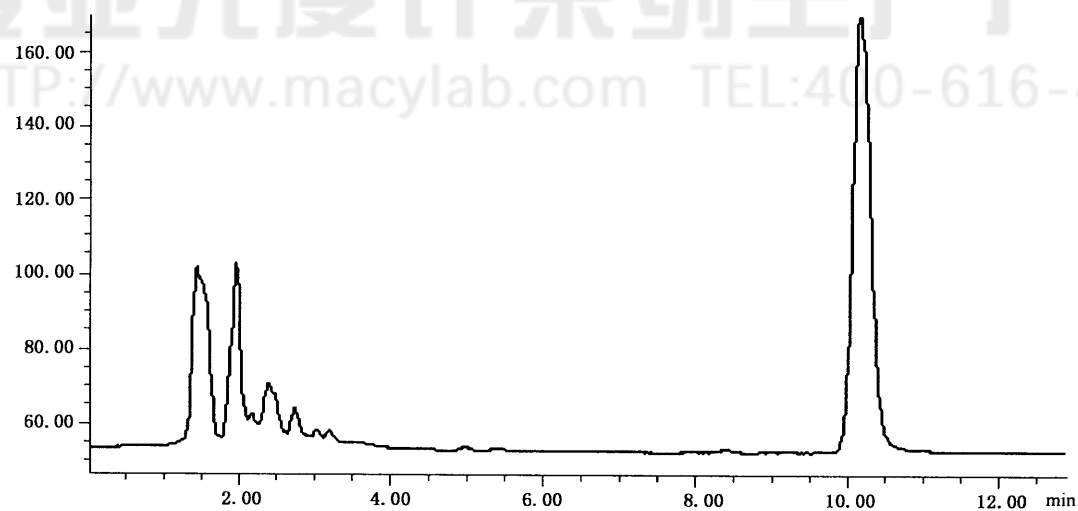
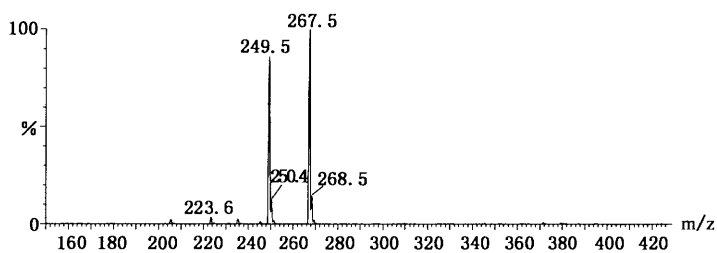


图 A.2 红曲样品中桔青霉素液相色谱图

**附 录 B**  
(资料性附录)  
**桔青霉素质谱图**

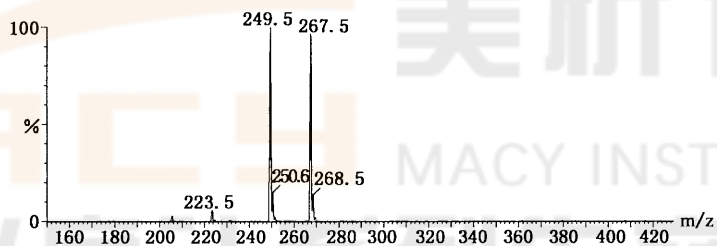
**B.1** 桔青霉素标准质谱图见图 B.1。



注：桔青霉素相对分子质量为 250。

**图 B.1 桔青霉素标准质谱图**

**B.2** 红曲样品中桔青霉素质谱图见图 B.2。



**图 B.2 红曲样品中桔青霉素质谱图**



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
红曲类产品中桔青霉素的测定  
GB/T 5009.222—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

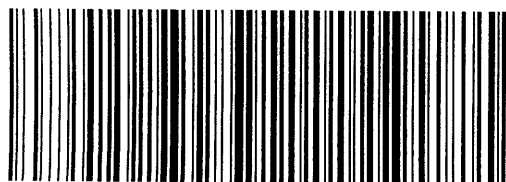
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36073 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.222-2008