

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.164—2003

大米中丁草胺残留量的测定

Determination of butachlor residues in rice

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：浙江省医学科学院。

本标准主要起草人：蒋世熙、卢秀静。

引 言

丁草胺(Butachlor),又名灭草特、去草胺,商品名称:马歇特(Machete)。属低毒除草剂。

我国已制定大米中丁草胺的残留限量标准,规定丁草胺在大米中的残留限量为 0.5 mg/kg。本标准适用于使用过丁草胺制剂的水稻加工品,大米中丁草胺的残留量分析。

大米中丁草胺残留量的测定

1 范围

本标准规定了大米中丁草胺残留量的测定方法。

本标准适用于大米中丁草胺残留量的测定。

本标准的检测限:0.03 ng。

线性范围:1.5 ng~15 ng。

2 原理

试样中丁草胺用石油醚提取后,经中性氧化铝柱净化,用具电子捕获检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。

3 试剂

3.1 石油醚:全玻璃蒸馏器蒸馏,收集 68℃ 馏份,经色谱仪分析不含干扰组分。

3.2 中性氧化铝:取层析级 100 目~200 目,130℃ 活化 3 h 冷却后,加 15% 的水混匀减活,放入干燥器中平衡过夜备用。

3.3 无水硫酸钠:130℃ 烘 3 h,干燥器中冷却备用。

3.4 Celite 545:80 目~120 目。

3.5 脱脂棉:将脱脂棉放入索氏提取器中,加丙酮-石油醚(4+96)混合液,于水浴上回流 4 h,抽滤后自然挥干备用。

3.6 丁草胺标准液:用石油醚将丁草胺(butachlor)标准品配制成 1.00 mg/mL 的标准储备液,临用前用石油醚稀释成 20 μg/mL 的标准工作液。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:具电子捕获检测器(ECD,⁶³Ni)。

4.2 电动粉碎机。

4.3 电动振荡器(频率为 240 次/min)。

4.4 旋转蒸发器。

4.5 层析柱:内径 1.5 cm、长 25 cm 玻璃层析柱。

4.6 具塞三角烧瓶:250 mL。

5 分析步骤

5.1 试样的制备

将 1.0 kg 大米试样按四分法对角取样 100 g,用电动粉碎机粉碎,通过 40 目筛的米粉待用。

5.2 提取

称取米粉样 20.0 g,置 250 mL 具塞三角烧瓶中,加 2 g Celite545,混匀后加石油醚 100 mL,浸渍过

夜后,在振荡器上振摇 0.5 h。通过盛有 2 g~3 g 无水硫酸钠的漏斗过滤,并用 20 mL~30mL 石油醚分次洗涤烧瓶和残渣,洗涤液过滤。合并滤液于旋转蒸发器中,在 50℃水浴上浓缩至 2 mL~3mL。

5.3 净化

将层析柱先用少许脱脂棉垫底后,加 2 cm 高的无水硫酸钠,再加 15 g 中性氧化铝,轻轻敲柱使吸附剂均匀结实后,再加 2 cm 高的无水硫酸钠,将提取浓缩液转移至柱内。原容器用 20 mL 石油醚多次洗涤,并转入柱内,打开柱下端的活塞,液面降至无水硫酸钠层后,再用 300 mL 石油醚以 2 mL/min~3 mL/min 的速度淋洗。将收集的淋洗液用旋转蒸发器浓缩至约 1.0 mL 左右,转入 2.0 mL 容量瓶,用少许石油醚分三次洗涤容器转入容量瓶中定容。

5.4 色谱参考条件

色谱柱:内径 3 mm,长 2.0 m 玻璃柱,内填涂以 3%OV-17 固定液的 80 目~100 目 Chromosorb W. A. W. DMCS 固定相。

柱温:220℃;

进样口:240℃;

检测器:250℃;

载气:氮气(≥99.999%),30 mL/min。

5.5 测定

将标准工作液用石油醚稀释成 0.0、1.0、2.0、4.0、8.0、12、18、20 mg/mL 丁草胺的标准系列,分别取 1.0 μL 进样,每个浓度重复 3 次,记录保留时间。将峰高或峰面积均值对丁草胺的含量求出直线回归方程式。同时取净化后的试样液 1.0 μL 进样,将峰高均值代入回归方程式,求出试样中丁草胺的含量。在上述色谱条件下;丁草胺的保留时间为 4 min38 s。

5.6 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{c \times V}{W} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样中丁草胺的残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c——样液中丁草胺的浓度,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);

W——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

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 色谱图

色谱图见图 1。

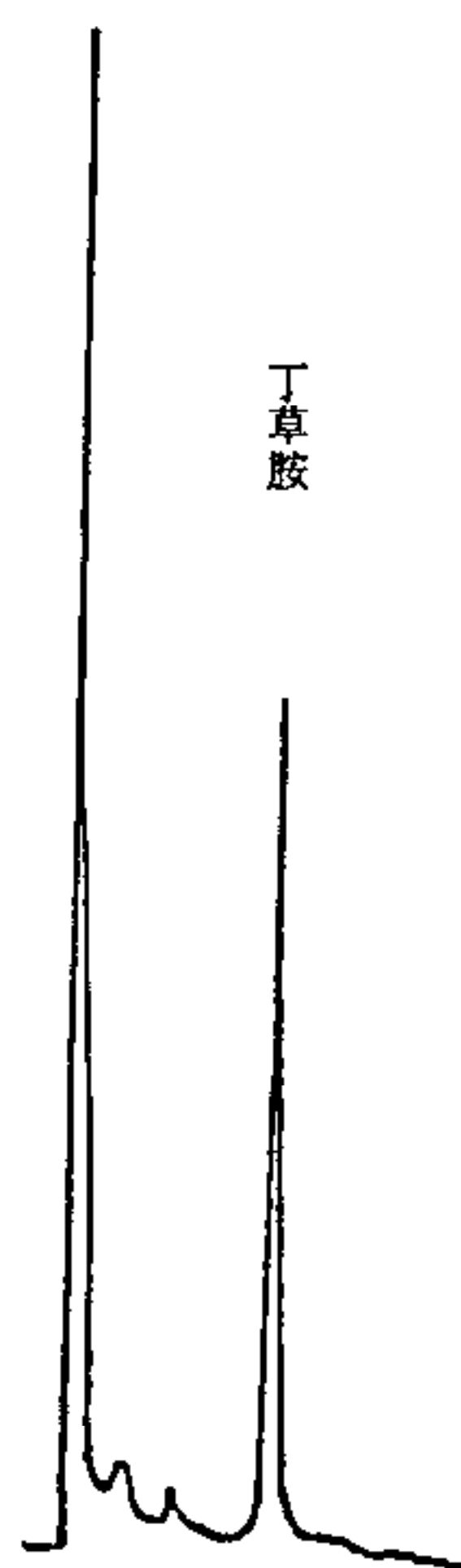


图 1 丁草胺标准色谱图