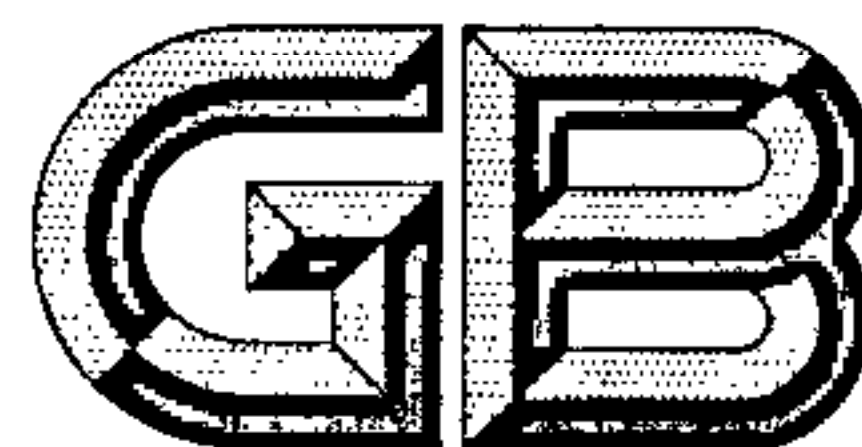


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.175—2003

粮食和蔬菜中 2,4-滴残留量的测定

Determination of 2,4-D in grains and vegetables

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：北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人：赵立文、张莹、康君行、杨永红。

引 言

2,4-滴(2,4-D)是苯氧乙酸类激素型选择性除草剂和植物生长调节剂,化学名称为2,4-二氯苯氧乙酸(2,4-Dichlorophenoxyacetic acid),按我国农药毒性分级标准,属低毒农药。在我国蔬菜和粮食上已获得登记。

我国已制定蔬菜中2,4-滴的残留限量为0.2 mg/kg,粮食中的残留限量为0.5 mg/kg。本标准提供了测定蔬菜和粮食中2,4-滴残留量的配套方法。

粮食和蔬菜中 2,4-滴残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食和蔬菜中 2,4-滴残留量的测定方法。

本标准适用于粮食和蔬菜中 2,4-滴残留量的测定。

本方法检出限:蔬菜试样,0.008 mg/kg;原粮试样,0.013 mg/kg;线性范围:0.01 ng~10 ng。

2 原理

试样中 2,4-滴用有机溶剂提取,用三氟化硼丁醇溶液将 2,4-滴衍生成 2,4-滴丁酯,液-液萃取、柱层析净化除去干扰物质,以气相色谱电子捕获检测器测定。依据色谱峰保留时间定性,外标法峰面积定量。

3 试剂

3.1 甲醇。

3.2 乙醚。

3.3 石油醚;沸程 30℃~60℃,重蒸馏。

3.4 异辛烷。

3.5 丙酮。

3.6 pH2 酸性水溶液:用稀硫酸调制。

3.7 50 g/L 氯化钠溶液。

3.8 无水硫酸钠,650℃灼烧 4 h,置于干燥器中保存。

3.9 洗脱液:石油醚+丙酮(95+5)。

3.10 衍生剂:14%三氟化硼丁醇溶液。

3.11 2,4-滴标准溶液:将 2,4-滴(2,4-D,纯度 99.9%)用甲醇配制成 1.00 mg/mL 溶液。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪:具电子捕获检测器。

4.2 组织捣碎机。

4.3 G3 砂芯漏斗。

4.4 净化柱:PT-硅镁吸附剂色谱预处理小柱,内填 0.4 g 60 目~80 目的硅镁吸附剂。使用前分别用 5 mL 丙酮和石油醚预淋洗。

4.5 顶空分析用 20 mL 玻璃瓶,配套的铝盖和密封垫。

5 分析步骤

5.1 提取

蔬菜:称取试样 50 g(精确至 0.001 g),加 100 mL 乙醚、50 mL pH2 的酸性水溶液在组织捣碎机中粉碎 5 min,制成匀浆。用 G3 漏斗抽滤,滤渣用 50 mL 乙醚洗涤数次,将滤液移入 150 mL 分液漏斗中,静置分层,弃掉水层,乙醚层经无水硫酸钠脱水后,加入 1 mL 异辛烷,吹氮气挥至近干。用 5 mL 甲

苯分次转移至 20 mL 顶空分析玻璃瓶中。

原粮：称取过 20 目筛粉碎试样 30 g，加 50 mL 乙醚、20 mL pH2 的酸性水溶液于 250 mL 具塞三角瓶中，超声提取 3 min，用 G3 砂芯漏斗抽滤，滤渣用 20 mL 乙醚洗涤数次，将滤液转移到 150 mL 分液漏斗中，静置分层，弃掉水层，乙醚层经无水硫酸钠脱水后，加入 1 mL 异辛烷，吹氮气挥至近干。用 5 mL 甲苯分次转移至 20 mL 顶空分析玻璃瓶中。

5.2 衍生化

加 5 mL 衍生剂于上述顶空分析玻璃瓶中，将玻璃瓶加盖密封，在 65℃ 水浴中保持 45 min 后，取出玻璃瓶用冰水冷却，将衍生反应液转移至盛有 10 mL 50 g/L 氯化钠溶液的 60 mL 分液漏斗中，用 5 mL、5 mL 石油醚提取，合并有机相，经无水硫酸钠脱水待用。

5.3 2,4-滴丁酯标准制备

取 10 μ L 2,4-滴标准溶液，依 5.2 之方法制备 2,4-滴丁酯标准液。溶液中 2,4-滴丁酯的含量相当于 1.0 μ g/mL 2,4-滴。

5.4 净化

用氮气将石油醚吹至近干。用 5 mL 石油醚溶解，并移入已处理好的净化柱中，用 10 mL 石油醚淋洗净化柱，弃掉淋洗液，用 20 mL 石油醚+丙酮(95+5)洗脱，收集洗脱液于 25 mL 比色管中，吹氮浓缩至 5 mL。

5.5 气相色谱参考条件

色谱柱：1.7% OV-17 和 2% QF-1 混合固定液。载体：chromosorb(HP)，60 目~80 目。2 m $\times$ 32 mm(id)玻璃柱。柱温 180℃，载气高纯氮，流速 50 mL/min，进样器，检测器温度：250℃。

5.6 色谱分析

利用外标法定性、定量，分别取 2,4-滴经衍生化的标准液、试样液各 1 μ L 注入气相色谱仪，重复进样 3 次每次误差不得大于 5%，用保留时间确定 2,4-滴丁酯，色谱峰面积外标法定量。在上述条件下，2,4-滴丁酯的保留时间为 3.9 min。

6 结果计算

按下式计算：

$$\rho = \frac{A_x \times \rho_0 \times V_0 \times V_1}{A_0 \times V_2 \times m}$$

式中：

ρ ——试样中 2,4-滴含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

ρ_0 ——2,4-滴标准溶液浓度，单位为微克每毫升(μ g/mL)；

V_0 ——标准溶液进样体积，单位为微升(μ L)；

V_1 ——试样定容体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——试样进样体积，单位为微升(μ L)；

A_0 ——标准色谱峰面积；

A_x ——试样色谱峰面积；

m ——试样质量，单位为克(g)。

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 气相色谱参考图



图 1 2,4-滴丁酯标准色谱图



图 2 粮食样品加标色谱图

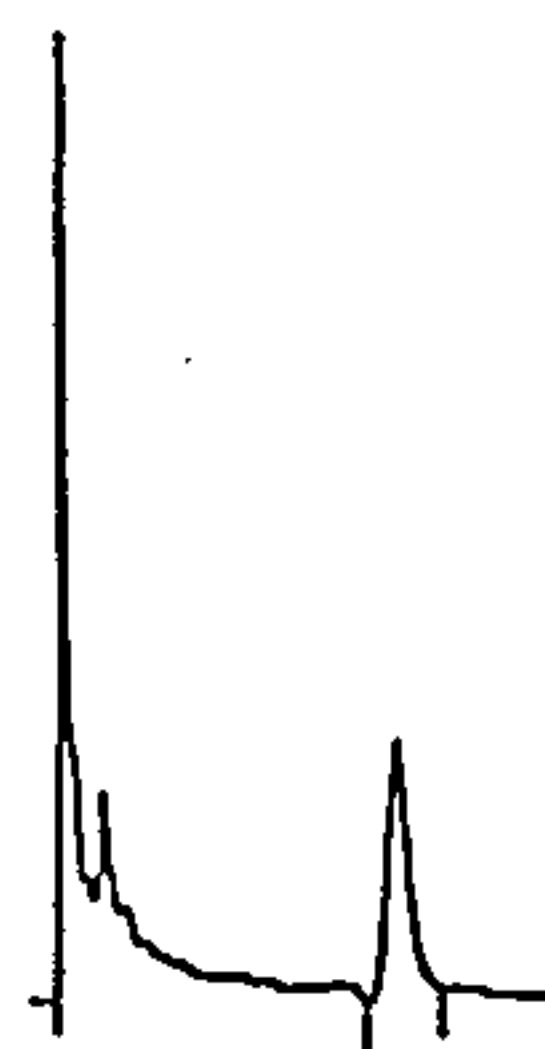


图 3 蔬菜样品加标色谱图