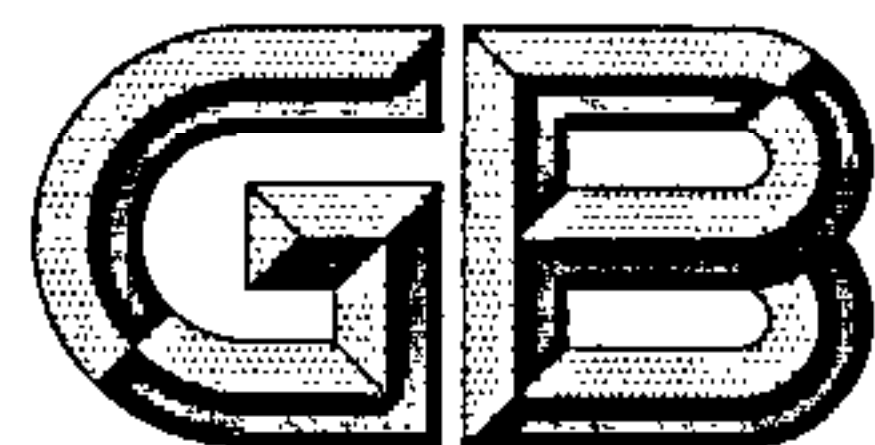




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.155—2003
代替 GB/T 17408—1998

大米中稻瘟灵残留量的测定

Determination of isoprothiolane 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

本标准代替 GB/T 17408—1998《大米中稻瘟灵残留量的测定》。

本标准与 GB/T 17408—1998 相比主要修改如下：

——增加了引言；

——按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：四川省卫生防疫站。

本标准主要起草人：向仕学、谢碧俊、方亚群、魏学仪、付松。

原标准于 1998 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

稻瘟灵,又名富士一号(IPT),化学名称为 1,3-二硫戊环-2-叉丙二酸二异丙酯,属低毒杀菌剂,是防治稻瘟病(叶瘟和穗瘟)的特效农药。该药已在我国水稻上获得登记。我国规定稻瘟灵在大米中的残留限量为 1.0 mg/kg。本标准提供了检测大米中稻瘟灵残留量的方法。

大米中稻瘟灵残留量的测定

1 范围

本标准规定了大米中稻瘟灵残留量的测定方法。

本标准适用于大米中稻瘟灵的残留量分析。

本方法检出限为 0.26 ng；若取大米试样 20g，检出浓度为 0.013 mg/kg。标准线性范围为 0 ng～15 ng。

2 原理

试样中稻瘟灵残留农药用有机溶剂提取，经硅镁吸附剂净化等一系列步骤除去杂质。用带火焰光度检测器的气相色谱仪测定。采用保留时间定性，以试样与标准的峰高值比较定量。

3 试剂

3.1 丙酮：重蒸馏。

3.2 二氯甲烷：重蒸馏。

3.3 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。

3.4 硅镁吸附剂：60 目～100 目，550℃灼烧 5 h，以 5% 水减活化，混匀，放置 2 d 以上。用前于 130℃烘 2 h，以 5% 水减活化，平衡过夜后使用。

3.5 稻瘟灵标准溶液：准确称取稻瘟灵标准品(isoprothiolane 纯度 $\geq 97.5\%$)，用丙酮配制成 1.0 mg/mL 的标准储备液，冰箱保存。临用时用丙酮逐级稀释成 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准使用液。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪：配火焰光度检测器(FPD)。

4.2 小型粉碎机。

4.3 电动振荡器。

4.4 K-D 浓缩器。

5 分析步骤

5.1 试样制备

试样经粉碎并过 20 目筛。称取 20 g 试样，精确至 0.001 g，置于具塞锥形瓶中。

5.2 提取

向上述锥形瓶中加入 50 mL 丙酮，于电动振荡器上振荡 30 min，用快速定性滤纸过滤于烧杯中，残渣再用 30 mL 丙酮按上法再提取一次。用 30 mL 丙酮分次洗涤残渣，洗液并入烧杯中，于 50℃水浴上浓缩近干。

5.3 净化

5.3.1 层析柱的制备

层析柱($\phi 20\text{ mm} \times 200\text{ mm}$)下端装入 2 cm 高的无水硫酸钠，称取 10 g 硅镁吸附剂装入层析柱，柱上端再装 2 cm 高的无水硫酸钠。用 20 mL 二氯甲烷淋洗净化柱，并弃去淋洗液。

5.3.2 试样提取液的净化

用少量二氯甲烷溶解试样提取浓缩液，缓缓倾入层析柱，弃流出液。用 100 mL 二氯甲烷洗脱，洗脱速度为 0.5 mL/min～1.0 mL/min。收集洗脱液于 K-D 浓缩瓶中，减压浓缩至 1.0 mL 以下。用丙酮洗涤 K-D 浓缩器继续浓缩至 1.0 mL 以下。最后用丙酮定容至 1.0 mL，待测。

5.4 气相色谱参考条件

5.4.1 色谱柱: $\phi 3\text{ mm} \times 110\text{ mm}$ 玻璃柱, 内装 2%OV-17 Chromosorb W AW-DMCS(60 目~80 目)。

5.4.2 温度: 柱温 235°C , 检测器和汽化室温度 260°C 。

5.4.3 气体: 氮气(纯度 $\geq 99.998\%$): 70 mL/min ; 氢气: 68.7 kPa ; 空气: 88.3 kPa 。

5.5 测定

吸取稻瘟灵标准使用液和试样净化液各 $1.0\text{ }\mu\text{L}$, 分别重复 3 次测定。以保留时间定性, 以试样中稻瘟灵的平均峰高值与标准的平均峰高值比较定量。在上述色谱条件下, 稻瘟灵的保留时间约为 2.6 min 。

6 结果计算

使用火焰光度检测器(FPD), 394 nm 处稻瘟灵中所含硫浓度的平方与峰高响应值成正比。当标准与试样溶液的进样量相同时, 试样溶液中稻瘟灵的浓度按式(1)计算。

$$c_i^2 = \frac{c_s^2 \times h_i}{h_s} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_i ——试样溶液中稻瘟灵的浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_s ——稻瘟灵标准使用液的浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

h_i ——试样溶液中稻瘟灵的峰高, 单位为毫米(毫伏)[mm(mV)];

h_s ——标准使用液中稻瘟灵峰高, 单位为毫米(毫伏)[mm(mV)];

按式(1)计算出 c_i 后, 代入式(2), 计算试样中稻瘟灵含量。

$$X = \frac{c_i \times V_i}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——试样中稻瘟灵的含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

V_i ——试样净化后的定容体积, 单位为毫升(mL);

m ——试样质量, 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 气相色谱参考图

见图 1。

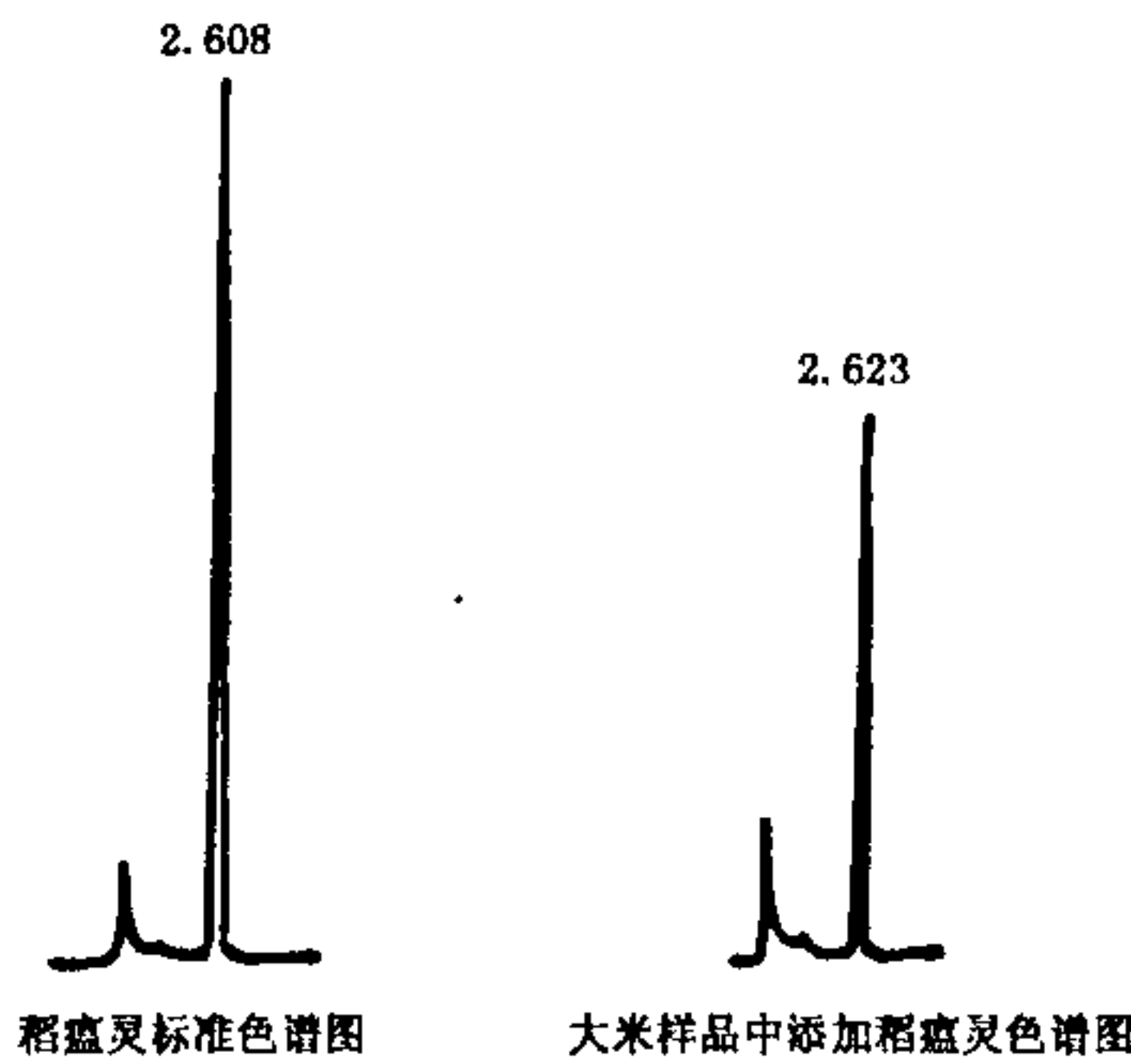


图 1