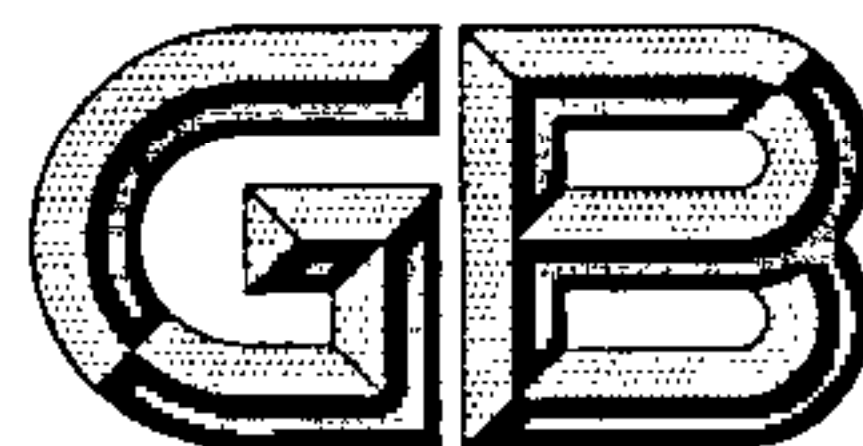




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.165—2003

粮食中 2,4-滴丁酯残留量的测定

Determination of 2,4-D butylate residues in grains

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：北京市卫生防疫站和卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人：赵立文、康君行、张莹。

原标准本次为首次发布。

引 言

2,4-滴丁酯(2,4-D butylate)是苯氧乙酸类激素型选择性除草剂和植物生长调节剂,按我国农药毒性分级标准,属低毒农药,在我国粮食作物上已获登记。

我国已制定 2,4-滴丁酯在粮食中的残留限量为 0.25 mg/kg。本标准提供了测定粮食中 2,4-滴丁酯残留量的方法。

粮食中 2,4-滴丁酯残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食中 2,4-滴丁酯残留量的气相色谱测定方法。

本标准适用于粮食中 2,4-滴丁酯残留量的测定。

本标准最小检出量 0.01 ng; 线性范围 0.01 ng~10 ng。

2 原理

样品中 2,4-滴丁酯用有机溶剂提取, 经液-液分配及柱净化除去干扰物质, 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

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。

3.1 石油醚: 30℃~60℃, 重蒸馏。

3.2 丙酮。

3.3 氯化钠。

3.4 无水硫酸钠, 650℃灼烧 4 h, 置于干燥器内保存。

3.5 洗脱液: 石油醚+丙酮(95+5)。

3.6 2,4-滴丁酯标准溶液: 将 2,4-滴丁酯(2,4-Dbutylate 99.9%) 用石油醚配制成 1.00 mg/mL 溶液。

4 仪器

4.1 气相色谱仪具电子捕获检测器。

4.2 色谱柱: 1.7%OV-17 和 2%QF-1 混合固定液。载体: chromosorb, 2 m×3.2 mm(id)。

4.3 振荡器。

4.4 具塞三角瓶: 100 mL。

4.5 过滤器具: 玻璃砂芯漏斗(G3, 25 mL)。

4.6 分液漏斗: 150 mL。

4.7 玻璃注射器: 10 mL。

4.8 粉碎机。

4.9 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。

5 分析步骤

5.1 提取

将样品粉碎过 20 目筛、混匀。称取 20 g 试样, 置于三角瓶中, 加入 50 mL 石油醚, 于振荡器上振荡 20 min, 静置分层, 取上层溶液用玻璃砂芯漏斗过滤。

5.2 净化

提取液置于盛有 50 mL 50 g/L 氯化钠(NaCl)水溶液的漏斗中, 加 30 mL 石油醚振摇 2 min, 静置分层, 水层再用 20 mL 石油醚提取一次合并萃取液。用无水硫酸钠脱水, 将石油醚吹氮气挥干。用 5 mL 石油醚分 3 次洗涤残渣, 移入净化柱, 用 10 mL 石油醚淋洗净化柱, 弃掉淋洗液; 用 20 mL 石油醚+丙酮洗脱, 收集洗脱液于 25 mL 比色管中, 吹氮气浓缩至 5 mL 待色谱分析。

5.3 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),2 m×3.2 mm(id),柱温 180℃,流速 50 mL/min,进样器:温度 250℃、检测器温度 250℃。

5.4 色谱分析

利用外标法定性、定量,分别取 2,4-滴丁酯标准溶液、试样液各 1 μL 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

6.1 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 ——样品中 2,4-滴丁酯含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ_0 ——2,4-滴丁酯标准浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V_0 ——标准溶液进样体积,单位为微升(μL);

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(μL);

A_0 ——标准色谱峰面积;

A_x ——试样色谱峰面积;

m ——样品质量,单位为克(g)。

6.2 本部分技术参数

方法回收率:88.0%~98.2%;

相对标准偏差:RSD<10%;

最小检测量:MDQ=0.01 ng;

最小检测浓度:取样量为 20 g 时,方法检出限为 0.025 mg/kg。

ECD 线性范围:0.01 ng~10 ng。

7 气相色谱参考图

气相色谱图见图 1。

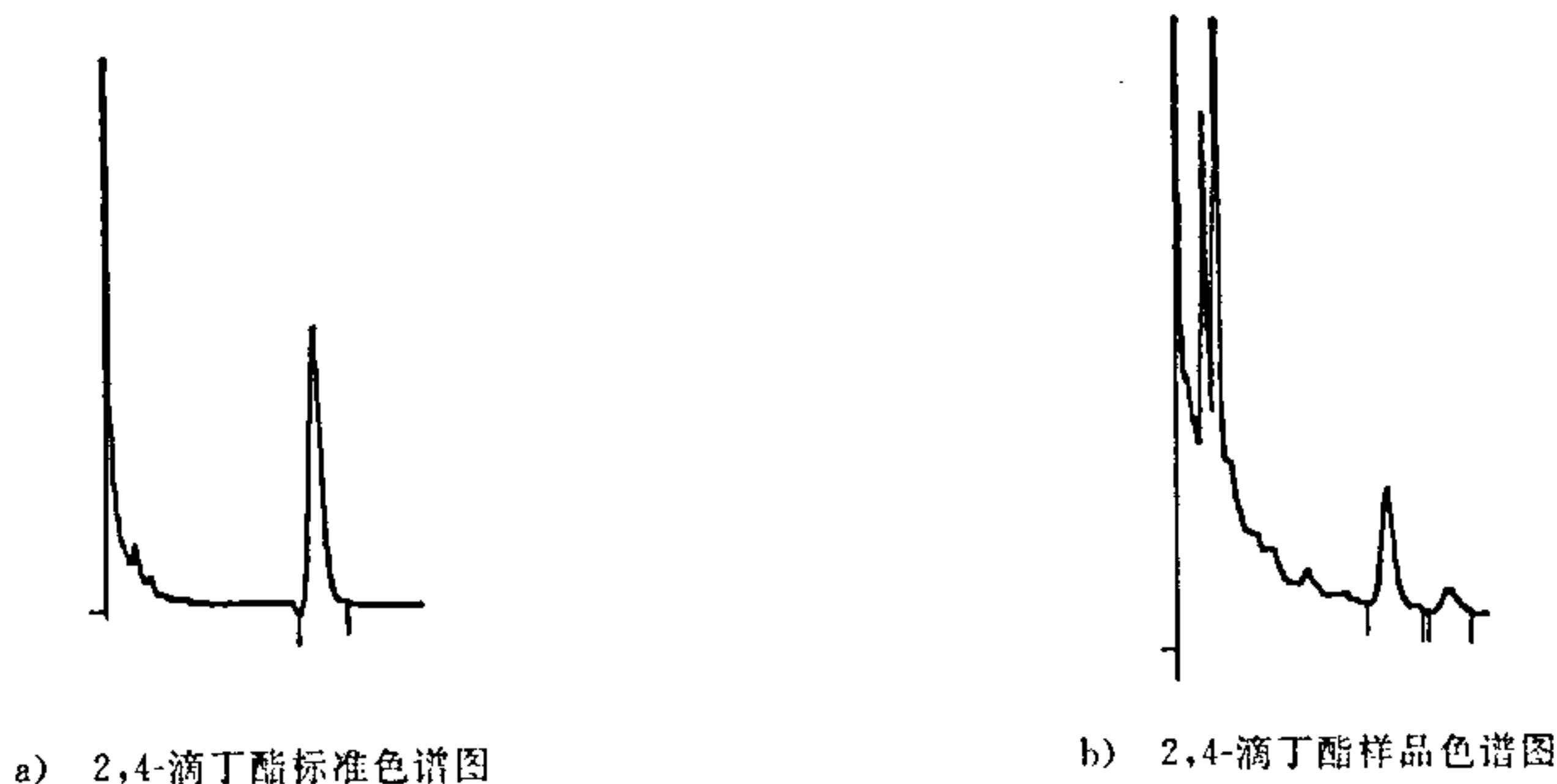


图 1