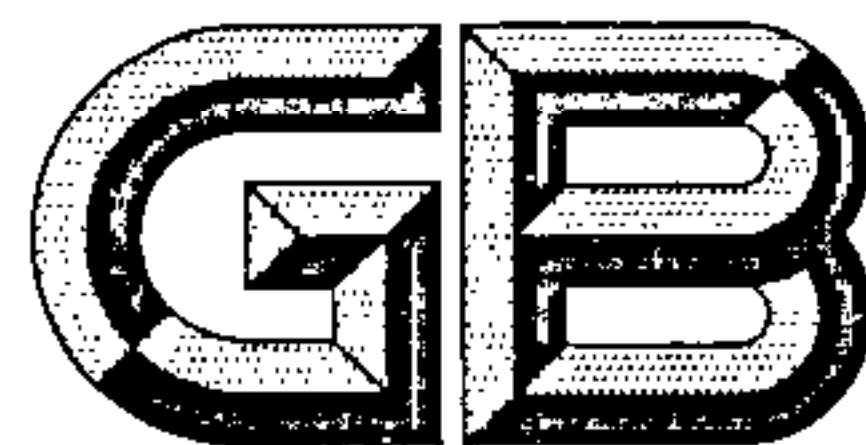




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.113—2003
代替 GB/T 14929.7—1994

大米中杀虫环残留量的测定

Determination of thiocyclam 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 14929.7—1994《大米中杀虫环残留量测定方法》。

本标准与 GB/T 14929.7—1994 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《大米中杀虫环残留量的测定》；
- 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。

本标准起草单位：浙江省医学科学院。

本标准主要起草人：蒋世熙、夏虹。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

大米中杀虫环残留量的测定

1 范围

本标准规定了气相色谱法测定大米中杀虫环的含量。

本标准适用于大米中杀虫环的残留量测定。

本标准检出限为 4.7×10^{-9} g。

2 原理

大米试样在酸性条件下,杀虫环经甲醇提取后,通过液-液分配纯化后再转至甲醇中,用备有电子捕获检测器的气相色谱仪测定,与标准比较定量。

3 试剂

3.1 甲醇:在本色谱条件下应无杂质峰,否则应重蒸至合格。

3.2 二氯甲烷:取一定量的二氯甲烷,用其体积一半的水振摇洗涤 5 或 6 次(最后一次必须待分层清楚后,放出二氯甲烷层,应避免将水带入,以免加浓硫酸时爆沸产生危险!),再用其 5% 体积的浓硫酸振摇洗涤,直至硫酸不变色。然后用 50 g/L 氢氧化钠溶液洗涤至中性,蒸馏水洗 2 或 3 次,再经无水硫酸钠脱水干燥,通过全玻璃装置重蒸馏,取其 $39^{\circ}\text{C} \sim 41^{\circ}\text{C}$ 馏分,经检验不含杂质峰。

3.3 碳酸氢钠。

3.4 无水硫酸钠:用前于 105°C 烘 2 h,备用。

3.5 助滤剂:celite545。

3.6 硫酸。

3.7 盐酸:5 mol/L。

3.8 50 g/L 氢氧化钠溶液。

3.9 10 g/L 草酸-甲醇溶液。

3.10 固定相:5%OV-225Chromosorb W(AW-DMCS)。

3.11 杀虫环标准溶液:用甲醇将杀虫环标准品配制成 $2.0 \mu\text{g/mL}$ 的使用液。

4 仪器

4.1 气相色谱仪(具备 ^{63}Ni 放射源的电子捕获检测器)。

4.2 小型电动粉碎机。

4.3 旋转蒸发器。

4.4 往复式电动振荡器。

4.5 60 mL 分液漏斗。

5 分析步骤

5.1 提取:将大米粉碎过 40 目筛,称取 40 g,放入 250 mL 具塞三角烧瓶中,加甲醇 100 mL 和 5 mol/L 盐酸 1.0 mL,于振荡器上振荡 1 h 后,通过盛有少量 celite545 的滤纸过滤。收集 50 mL 滤液转入 250 mL 圆底烧瓶中,旋转蒸发器于 50°C 水浴中浓缩至 2 mL~3 mL 左右。

5.2 纯化:将残留液转至 60 mL 分液漏斗中,分别用蒸馏水和二氯甲烷 20 mL 分两次洗涤蒸馏瓶。洗液合并到分液漏斗中,然后用 pH 试纸检查水层 pH 值应为 1 左右。

振摇分液漏斗 30 s,静置分层后,弃去下部二氯甲烷层,再用 20 mL 二氯甲烷振摇洗涤 3 次~4 次,弃去二氯甲烷层。向分液漏斗中慢慢加入少量碳酸氢钠调至 pH7~8。用 30 mL 二氯甲烷轻轻振摇提取水层 3 次,每次将二氯甲烷提取液通过盛有无水硫酸钠的漏斗滤入 250 mL 圆底烧瓶中,加 0.2 mL 10 g/L 草酸-甲醇溶液和 5 mL 甲醇,用旋转蒸发器于 30℃ 水浴中浓缩至 1.0 mL 左右,浓缩液转入具塞刻度试管中,视含量高低用甲醇定容至 5 mL~10 mL。取 1.0 μ L 进入色谱仪,外标法定量。

5.3 气相色谱条件

5.3.1 色谱柱: ϕ 2 mm $\times$ 2 m 玻璃柱;

填装涂有 5%OV-225 Chromosorb W(AW-DMCS)的固定相。

5.3.2 温度

柱温:180℃;

汽化室温:200℃;

检测室温:240℃。

5.3.3 气体速度:载气(氮气)流速 30 mL/min。

5.3.4 其他条件

仪器灵敏度:10;

衰减:1;

纸速:0.4 cm/min;

氮气:高纯氮。

5.4 测定

按上述色谱条件调试仪器,待稳定后用微量注射器注入试样或标准液,以保留时间为定性指标。

将杀虫环的标准液用甲醇稀释成 0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 μ g/mL 的系列工作液,分别注入色谱仪 1.0 μ L,测量峰高。以杀虫环量为横坐标,峰高为纵坐标绘制工作曲线,根据试样的峰高定量。

6 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{B \times V \times 2}{A \times m}$$

式中:

X——试样中杀虫环含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

B——测得试样的峰高值,查标准曲线后得到的杀虫环量,单位为纳克(ng);

V——定容体积,单位为毫升(mL);

A——进样量,单位为微升(μ L);

m——试样质量,单位为克(g);

2——测定值相当于试样量一半,计算全量应乘以 2。

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%。

8 其他

大米中杀虫环及标准品杀虫环色谱图见图 1。

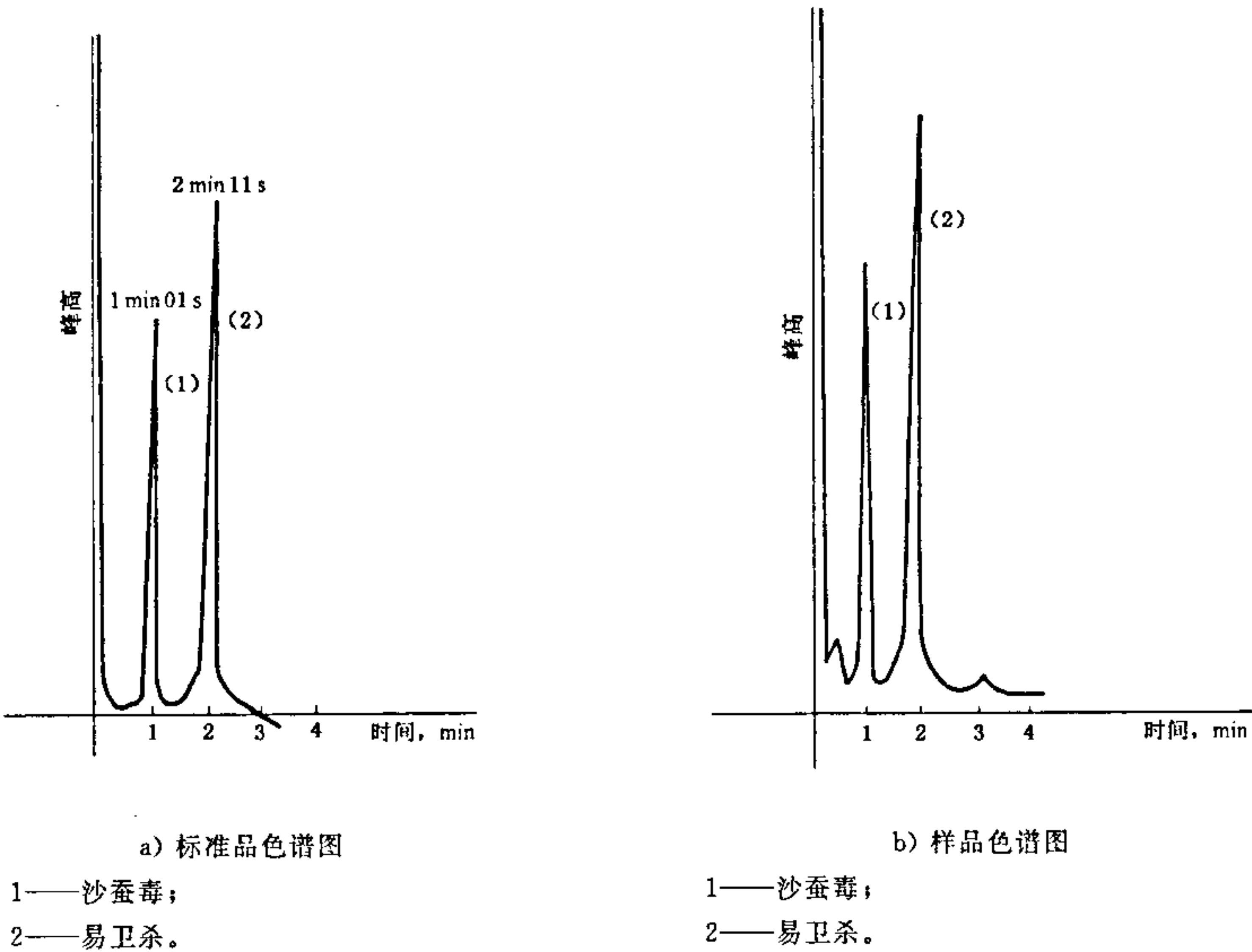


图 1