



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.221—2008

粮谷中敌草快残留量的测定

Determination of the residues of diquat in cereals

2008-12-03 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中华人民共和国烟台出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李立、隋涛、张化海、王洪来、王洪兵、储晓刚。

粮谷中敌草快残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮谷中敌草快残留量的测定方法。

本标准适用于玉米、大麦中敌草快残留量的测定。

本标准的检出限为 0.005 mg/kg,线性范围为 0.001 mg/L~0.100 mg/L。

2 原理

根据敌草快的溶解性及稳定性,用 95%乙醇提取敌草快,与硼氢化钠反应后,用三氯甲烷萃取,除去三氯甲烷,以正己烷定容,气相色谱-质谱检测器测定,外标法定量,采用选择离子检测进行确证和定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂应为分析纯(有机溶剂需重蒸馏),水为一级水(电导率_{25℃} ≤ 0.01 mS/m)。

3.1 正己烷(C₆H₁₄)。

3.2 三氯甲烷(CHCl₃)。

3.3 硼氢化钠(NaBH₄)。

3.4 盐酸溶液:2 mol/L。

3.5 氢氧化钠溶液:5 mol/L。

3.6 无水硫酸钠(Na₂SO₄):经 650 ℃灼烧 4 h 后置于干燥器中。

3.7 95%乙醇溶液。

3.8 敌草快二溴盐标准品:纯度 ≥ 99%,CAS 为 6385-62-2。

3.9 敌草快标准溶液:准确称取适量敌草快二溴盐标准品,精确至 0.000 1 g,以 1 mL 水溶解后用 95%乙醇溶液配制成浓度为 100 μg/mL 的标准储备液,根据需要再配成适用浓度的标准工作溶液,保存于 4 ℃冰箱中,可使用 90 d。

4 仪器

4.1 气相色谱-质谱联用仪:配(EI 源)。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 涡旋混合器。

4.4 平底烧瓶:100 mL。

4.5 平底烧瓶:50 mL。

4.6 分液漏斗:125 mL。

4.7 高速分散均质机。

5 分析步骤

5.1 提取净化

称取磨碎混匀(过 2.0 mm 圆孔筛)试样 5 g(精确至 0.01 g)于 100 mL 平底烧瓶中,加入 30 mL 95%乙醇溶液,均质 3 min。加入 50 mg 硼氢化钠,振荡 40 min 后加入 4 mL 盐酸(2 mol/L)溶液,以 5 mL 95%乙醇溶液冲洗烧瓶并抽滤两次。合并滤液于 35 ℃水浴旋转蒸发除去乙醇,残留水层移入

125 mL 分液漏斗,再以 2×5 mL 水冲洗烧瓶,洗液并入分液漏斗,用每次 30 mL 三氯甲烷多次萃取至三氯甲烷层无色并弃去三氯甲烷层,水层加入 2 mL 氢氧化钠溶液(5 mol/L),以 20 mL 三氯甲烷萃取后将三氯甲烷层放入已预先加入 3 滴 2 mol/L 盐酸的 50 mL 平底烧瓶中,小心摇匀后于旋转蒸发器上蒸除三氯甲烷。再以 20 mL 三氯甲烷萃取并将三氯甲烷层放入上述已预先加入 3 滴 2 mol/L 盐酸的 50 mL 平底烧瓶中,小心摇匀后于旋转蒸发器上蒸除三氯甲烷。再以 2 mL 水仔细冲洗烧瓶内壁,准确加入 2 mL 正己烷和 3 滴氢氧化钠溶液(5 mol/L),振荡提取 1 min 静置分层后,取正己烷层加入适量无水硫酸钠,供 GC-MS 测定。标准溶液的制备过程与以上步骤相同(无须均质)。

5.2 色谱测定

5.2.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm(膜厚),HP-5MS 柱或相当者。
- b) 色谱柱温度:60 ℃(2min) $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 230 ℃(3 min)。
- c) 进样口温度:250 ℃。
- d) 载气:氦气,纯度≥99.999%,2 mL/min。
- e) 色谱-质谱接口温度:280 ℃。
- f) 电离方式:EI。
- g) 电离能量:70 eV。
- h) 测定方式:选择离子检测方式。
- i) 选择监测离子(m/z):108、135、189、190。
- j) 进样方式:无分流进样,1.5 min 后开阀。
- k) 进样量:1 μL。

5.2.2 气相色谱-质谱测定及阳性结果确证

根据样液中被测物含量情况,选择浓度相近标准溶液,标准工作溶液和待测样液中敌草快的响应值均应在仪器检测的线性范围内。对标准工作溶液与样液等体积进样测定。在上述气相色谱-质谱条件下,敌草快保留时间约为 6.8 min。如果样液与标准工作溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据选择离子(m/z) 108、135、189、190(丰度比约为 100:33:23:55)对其确证。敌草快标准物的气相色谱-质谱图参见图 A.1 和图 A.2。

5.2.3 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

6 结果计算

试样中敌草快含量按式(1)计算:

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——试样中敌草快含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 - A——样液中敌草快的峰面积(或峰高);
 - c——标准工作液中敌草快的浓度,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);
 - A_s——标准工作液中敌草快峰面积(或峰高);
 - m——最终样液代表的试样量,单位为克(g)。
- 计算结果保留到小数点后两位。

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%。

附录 A

(资料性附录)

敌草快标准物气相色谱-质谱图

敌草快标准物气相色谱-质谱图见图 A.1~图 A.2。

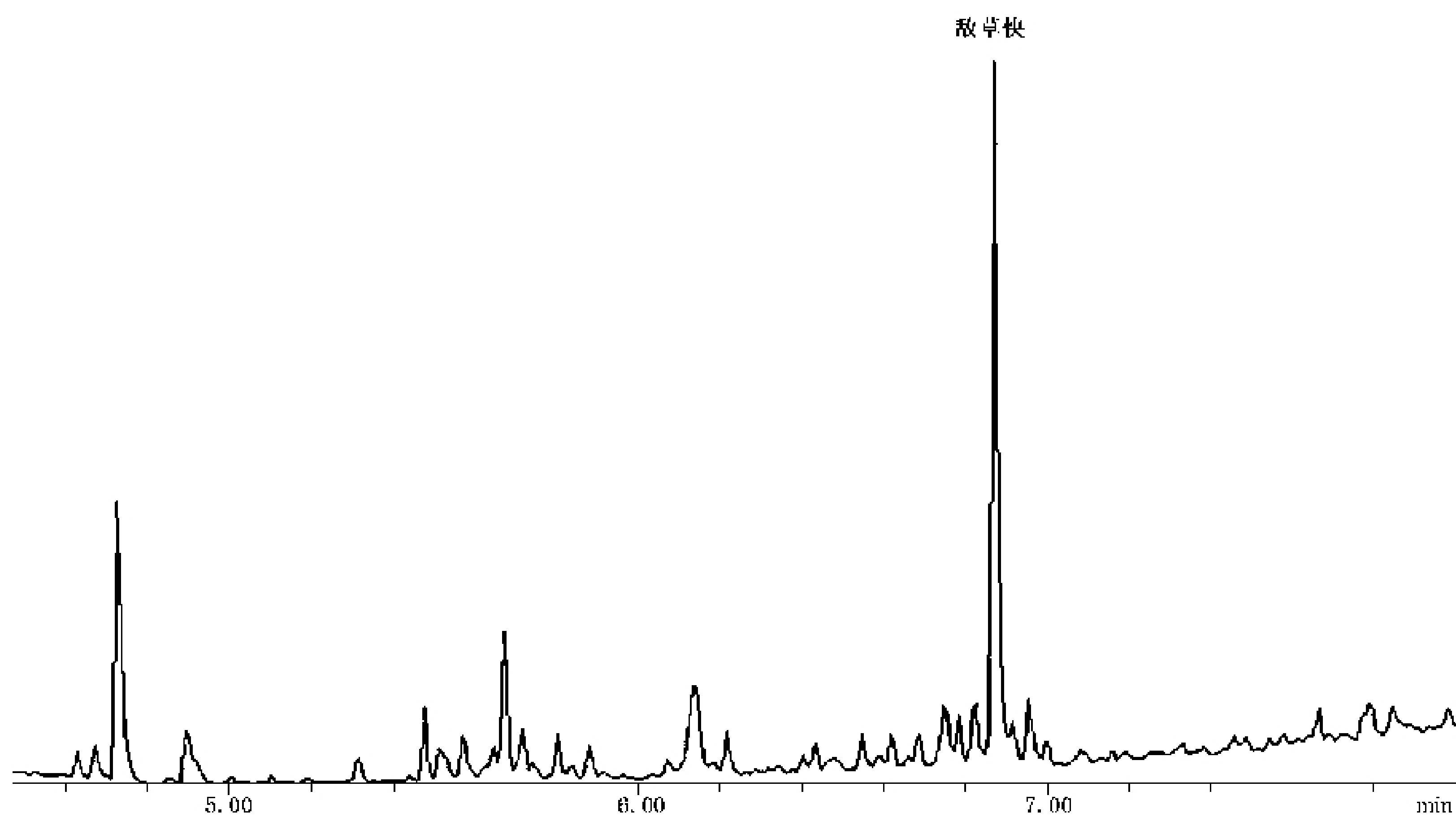


图 A.1 敌草快标准物的选择离子色谱图

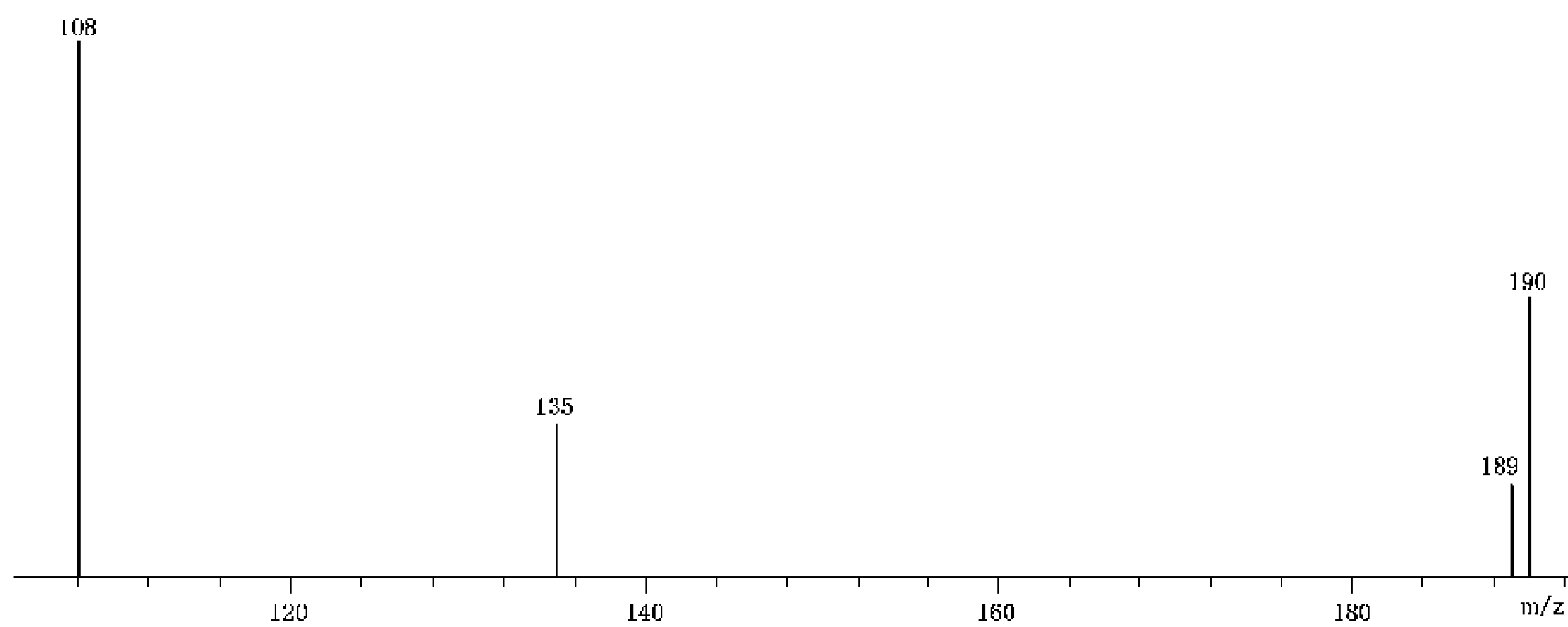


图 A.2 敌草快标准物的选择离子质谱图