

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.134—2003
代替 GB/T 16339—1996

大米中禾草敌残留量的测定

Determination of molinate residues in rice

2003-08-11 发布

2004-01-01 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

本标准代替 GB/T 16339—1996《大米中禾大壮残留量的测定》。

本标准与 GB/T 16339—1996 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《大米中禾草敌残留量的测定》。

——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。

本标准负责起草单位：华西医科大学公共卫生学院、四川省卫生防疫站、四川省劳动卫生职业病防治研究所。

本标准主要起草人：黎源倩、方亚群、杨庆、张立实、王瑞淑。

原标准于 1996 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

禾草敌(molinate),化学名称为 *N,N*-六甲基撑硫赶氨基甲酸乙酯,是近年来在我国广泛使用的一种防治稻田稗草的除草剂。

本标准参考国外有关禾草敌测定方法而制定。

干扰试验:在本方法所用的色谱条件下,甲基对硫磷和杀螟松不干扰禾草敌的测定。

大米中禾草敌残留量的测定

1 范围

本标准规定了大米中禾草敌残留量的测定方法。

本标准适用于使用过禾草敌作为除草剂的大米中禾草敌残留量的测定。

本方法的检出限为 0.1 ng。对于 20 g 大米试样,检出浓度为 0.01 mg/kg;线性范围为 0.10 $\mu\text{g/mL}$ ~1.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

2 原理

将含有禾草敌的大米试样,用丙酮水(1+1)振摇提取,过滤后滤液在酸性水溶液(pH 为 3.0~3.5)中用石油醚提取,提取液经硅镁吸附剂净化,浓缩后用带有火焰光度检测器的气相色谱仪测定,根据保留时间定性,与标准系列的峰高值比较定量。

3 试剂

3.1 丙酮:重蒸馏。

3.2 石油醚:沸程 30℃~60℃,重蒸馏。

3.3 乙醚。

3.4 无水硫酸钠。

3.5 硅镁吸附剂:100 目~200 目,于 550℃灼烧 3 h,贮存于干燥器内。临用前取 100 g 硅镁吸附剂加 2 mL 蒸馏水减活化,平衡过夜,混匀备用。放置时间超过两天,用前应于 130℃烘 5 h,再按上述比例加水减活化后使用。

3.6 0.05 mol/L 盐酸。

3.7 禾草敌标准溶液:准确称取禾草敌(molinate)标准品,用丙酮配成 1 mg/mL 的标准储备液,储存于冰箱(4℃)中,使用时用丙酮稀释成 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准使用液。

4 仪器和设备

4.1 带有火焰光度检测器(FPD)的气相色谱仪。

4.2 电动振荡器。

4.3 恒温水浴箱。

4.4 小型粉碎机。

4.5 全玻减压蒸馏装置或旋转蒸发器。

4.6 K-D 浓缩器。

5 分析步骤

5.1 试样预处理

5.1.1 提取 大米试样经粉碎并过 20 目筛后,称取约 20 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加 100 mL 丙酮水(1+1)振摇提取 30 min,用铺有玻璃纤维滤纸的布氏漏斗抽滤,再用 100 mL 丙酮水(1+1)洗涤残渣 3 次~4 次,抽滤。合并滤液转入 500 mL 分液漏斗中,加入 0.05 mol/L 盐酸 3 mL,用石油醚提取 3 次,每次 20 mL,振摇 1 min。石油醚层经 5 g 无水硫酸钠脱水后于 45℃ $\pm$ 1℃恒温水浴上减压浓缩至约 5 mL。

5.1.2 净化 将少许玻璃棉装入10 mm×250 mm的层析柱中,加入2 g无水硫酸钠,5 g硅镁吸附剂,用20 mL石油醚湿法装柱,柱上端再铺2 g无水硫酸钠。当柱内液面降至吸附剂表面时,将提取液小心转入层析柱上。用50 mL乙醚-石油醚(1+1)洗脱,洗脱速度为1 mL/min。收集洗脱液,用K-D浓缩器在45℃±1℃恒温水浴上减压浓缩,定容至5.00 mL,将此试样溶液置于冰水浴中,取2.0 μL进行气相色谱分析。

5.2 仪器分析

气相色谱柱为2 m×3 mm玻璃柱,内装涂有3%OV-17的Gas Chrom Q担体(80目~100目),柱温为200℃,气化室和检测器的温度为220℃,氮气流速为40 mL/min,氢气流速为65 mL/min,空气流速为300 mL/min。

5.3 标准曲线的绘制

配制0.0,0.10,0.20,0.40,0.60,0.80,1.00 μg/mL禾草敌标准系列溶液,在上述气相色谱最佳测试条件下,分别取2.0 μL标准溶液注入气相色谱仪,测定其色谱峰高值,重复测定3次。以禾草敌标准溶液浓度的平方为横坐标,以色谱峰高平均值为纵坐标,绘制标准曲线。

5.4 测定

取2.0 μL净化后的试样溶液注入气相色谱仪,重复测定3次,测定试样的峰高平均值。以保留时间定性,根据标准曲线定量。

5.5 结果计算

由于火焰光度检测器(FPD)在394 nm处对硫的响应不呈线性关系,但与禾草敌中所含硫浓度的平方成正比。测定时,当试样溶液与标准溶液的进样量相同时,试样中禾草敌的含量按下式计算。

$$X = \frac{c_i \times V_i}{m}$$

式中:

X——试样中禾草敌的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

V_i ——待测试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

c_i ——待测试样溶液的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL)。

计算结果保留两位有效数字。

6 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%。