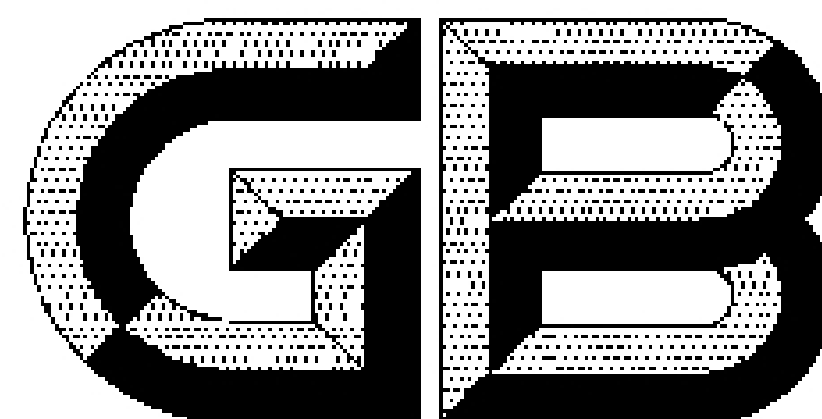




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.219—2008

粮谷中矮壮素残留量的测定

Determination of the residues of chlorcholine chloride 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：中国检验检疫科学研究院、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、王洪来、孙军、王洪兵、储晓刚。

粮谷中矮壮素残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮谷中矮壮素残留量的测定方法。

本标准适用于玉米、荞麦中矮壮素残留量的测定。

本标准对玉米、荞麦中矮壮素残留的检出限为 0.01 mg/kg, 线性范围为 0.005 mg/L ~ 1.00 mg/L。

2 原理

根据矮壮素的溶解性用甲醇提取试样, 提取液经氧化铝柱净化, 与苯硫钠反应生成衍生物后, 用配有质量选择检测器的气相色谱仪(GC-MSD)测定, 外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明, 所有试剂均为分析纯, 水为一级水(电导率_{25℃} ≤ 0.01 mS/m)。

3.1 无水硫酸钠(Na_2SO_4): 于 650℃ 灼烧 4 h, 冷却后贮于干燥器中备用。

3.2 中性氧化铝(Al_2O_3): 650℃ 灼烧 4 h, 贮于密封容器中, 使用前在 130℃ 下烘 2 h, 贮于干燥器内冷却备用。

3.3 苯硫钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{SNa}$)。

3.4 甲醇(CH_3OH)。

3.5 2-丁酮($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$)。

3.6 6 mg/mL 苯硫钠的 2-丁酮溶液: 称取 0.6 g 苯硫钠于具塞三角瓶中, 加入 100 mL 经无水硫酸钠脱水的 2-丁酮。

3.7 矮壮素($\text{C}_5\text{H}_{13}\text{NCl}_2$)标准品: 纯度 > 98.0%, CAS 为 999-81-5。

3.8 矮壮素标准溶液: 准确称取适量的矮壮素标准品, 精确至 0.000 1 g, 用甲醇配制成浓度为 100 mg/L 的标准储备液, 根据需要再用甲醇稀释成适当浓度的标准溶液, 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: 配有电子轰击离子源(EI 源)。

4.2 超声波提取器。

4.3 中性氧化铝柱: 12.5 cm × 1.5 cm (内径), 具砂芯, 柱内装 3 cm 高的中性氧化铝。

4.4 离心管: 5 mL, 具磨口塞。

4.5 旋转蒸发器。

5 分析步骤

5.1 提取

称取粉碎并通过 2.0 mm 圆孔筛的试样 20 g (精确至 0.01 g) 于 250 mL 具塞锥形瓶中, 加入 60 mL 甲醇, 于超声波提取器上提取 20 min, 提取液经 2 g 无水硫酸钠过滤。分别 2 次用 20 mL 甲醇洗具塞锥

形瓶和无水硫酸钠,合并滤液。

5.2 净化

上述提取液注入氧化铝柱(4.3),收集全部流出液。分别2次用10 mL 甲醇洗柱,合并流出液,于旋转蒸发器上蒸发至近干,用甲醇转移至5 mL 离心管中,用氮气吹干备用。

5.3 衍生化

在氮气保护下将2 mL 6 mg/mL 苯硫钠的2-丁酮溶液加入上述离心管(5.2)中,于80 ℃水浴上反应30 min,冷却至室温,经0.45 μm 滤膜过滤供色谱测定。

5.4 标准工作液的制备

准确吸取适量的标准溶液至具塞离心管中,氮气吹干,在氮气保护下,将2 mL 6 mg/mL 苯硫钠的2-丁酮溶液加入上述离心管中,于80 ℃水浴上反应30 min,冷却至室温,经0.45 μm 滤膜过滤供色谱测定。

5.5 色谱分析

5.5.1 气相色谱-质谱条件

- a) 毛细管色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm(膜厚),HP-5-MS 柱。
- b) 进样口温度:250 ℃。
- c) 检测器温度:280 ℃。
- d) 柱温:50 ℃(2 min) $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 230 ℃(9 min)。
- e) 载气:氮气,纯度≥99.999%,1 mL/min。
- f) 进样量:1 μL。
- g) 电离方式:EI。
- h) 电离能量:70eV。
- i) 选择监测离子(m/z):91、109、124。
- j) 测定方式:选择离子监测方式。
- k) 进样方式:无分流进样,1.5 min 后开阀。

5.5.2 气相色谱-质谱测定

根据样液中被测物含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液,按5.5.1 条件进行色谱分析。标准工作液和待测样液中矮壮素的响应值均应在仪器线性范围内。对标准工作液与样液等体积进样测定。在上述气相色谱-质谱条件下,矮壮素保留时间约为6.4 min。矮壮素标准品衍生物的气相色谱-质谱图参见图A.1、图A.2。

5.5.3 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

试样中矮壮素含量按式(1)计算:

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

式中:

- X——试样中矮壮素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A——样液中矮壮素衍生物的峰面积;
- V——最终样液的体积,单位为毫升(mL);
- c——标准溶液中矮壮素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- A_s——标准工作液中矮壮素衍生物的峰面积;
- m——最终样液相当的试样量,单位为克(g)。

注:计算结果需扣除空白值。

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)

矮壮素标准品衍生物的气相色谱-质谱图

矮壮素标准品衍生物的气相色谱-质谱图见图 A.1～图 A.2。

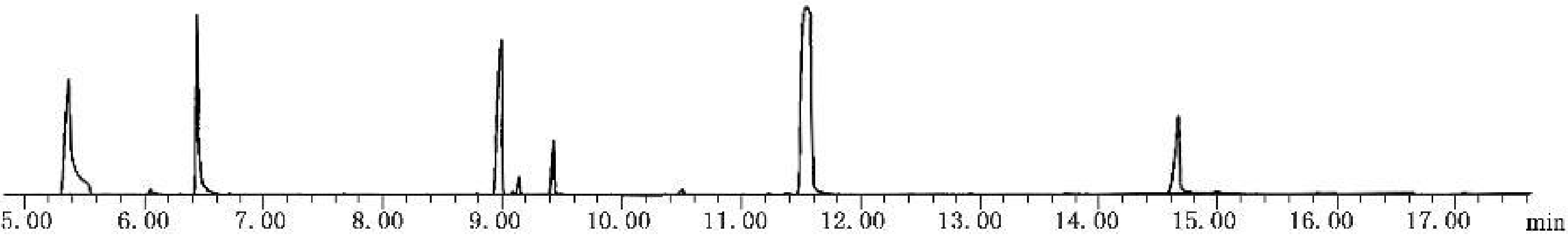


图 A.1 矮壮素标准品衍生物的选择离子色谱图

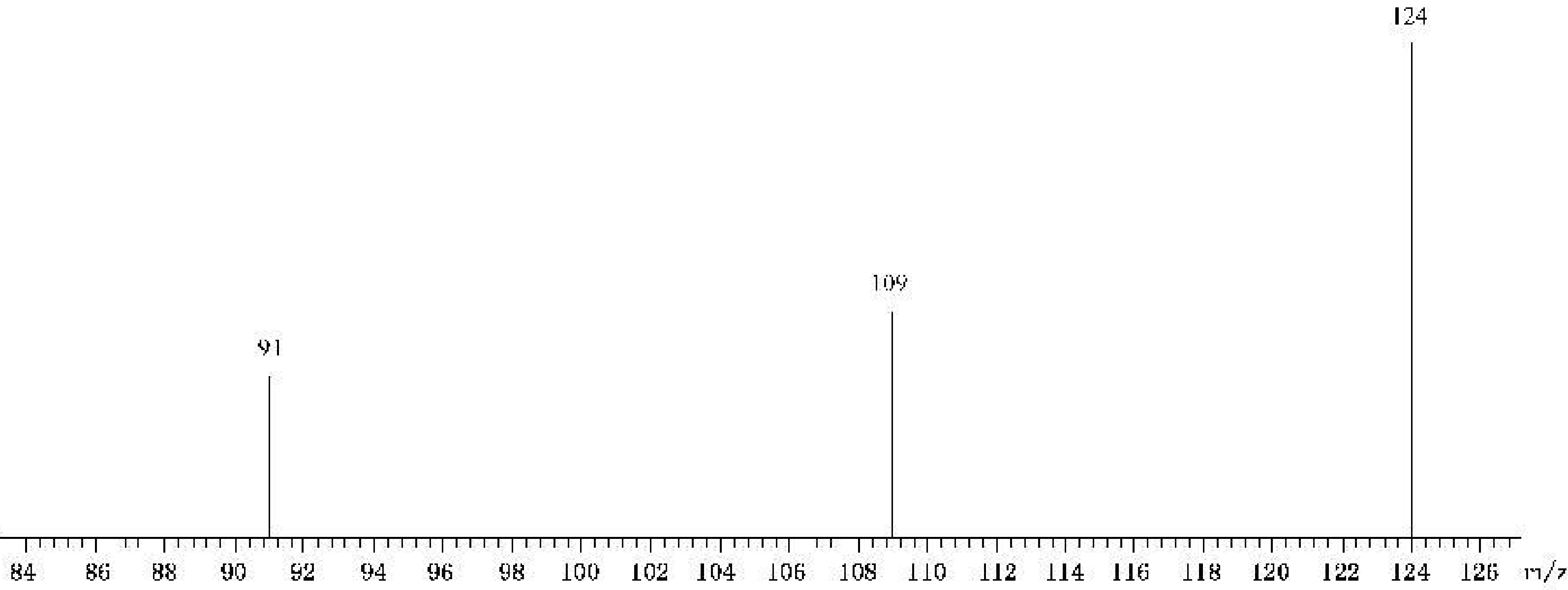


图 A.2 矮壮素标准品衍生物的选择离子质谱图