

ICS 67.040
C 53



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-Dbutylate99.9%)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 g60 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。