

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.180—2003

稻谷、花生仁中恶草酮残留量的测定

Determination of oxadiazon residues in cereals and peanuts

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：吉林省卫生防疫站。

本标准参加起草单位：长春市二道区卫生防疫站。

本标准主要起草人：方赤光、李青、姜风华、金成录、乔启刚。

引 言

恶草酮(oxadiazon),又名农思它、恶草灵,是选择性芽前芽后除草剂,属低毒除草剂。该药已在我国水稻、花生仁获得使用登记。我国规定恶草酮在水稻中的残留量 ≤ 0.05 mg/kg,花生中的残留量 ≤ 0.1 mg/kg。本标准提供了检测稻谷、花生仁中恶草酮残留量的配套方法。

稻谷、花生仁中恶草酮残留量的测定

1 范围

本标准规定了稻谷、花生仁中恶草酮残留量的测定方法。

本标准适用于稻谷、花生仁中恶草酮残留量的测定。

本方法检出限:0.001 ng。

线性范围:0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2 原理

样品中的恶草酮用有机溶剂提取,经弗罗里硅土预处理小柱净化,用附有电子捕获检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 乙醚。

3.3 正己烷。

3.4 无水硫酸钠:650℃灼烧4 h,贮于密封容器中备用。

3.5 恶草酮(oxadiazon),纯度 $\geq 98\%$ 。

3.6 标准储备溶液:称取恶草酮0.1000 g,置于100 mL容量瓶,用正己烷稀释至刻度,制成浓度为1.000 mg/mL的贮备液。

3.7 标准使用溶液:将标准储备溶液(3.6)稀释100倍,浓度为10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3.8 预处理小柱:PT-弗罗里硅土吸附剂型(市售)。弗罗里硅土吸附剂型小柱依次用4 mL正己烷、4 mL正己烷-乙醚(2+1)、2 mL正己烷淋洗。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪:具有电子捕获检测器(ECD)。

4.2 小型粉碎机。

4.3 超声波清洗器。

4.4 K. D. 浓缩器。

5 分析步骤

5.1 试样制备

称取5.00 g已粉碎的试样于100 mL烧杯中,加10 mL丙酮,在超声波清洗器中提取10 min,将上清液移入25 mL容量瓶中,重复提取一次,用丙酮定容至25 mL,取1 mL提取液,氮气吹干,2 mL正己烷溶解。

5.2 净化

将提取液(5.1)移入已处理过的弗罗里硅土吸附柱,用10 mL正己烷洗脱,正己烷+乙醚(2+1)5 mL洗脱,K. D. 浓缩器收集洗脱液,氮气吹干,正己烷定容至1.0 mL备用。

5.3 气相色谱参考条件

5.3.1 色谱柱:OV-17 交联毛细管柱(30 m \times 0.53 mm \times 0.25 μm)。