

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.200—2003

小麦中野燕枯残留量的测定

Determination of difenzoquat residues in wheat

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

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由农业部农药检定所、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人：龚勇、杨大进。

引 言

野燕枯(avenge),商品名称:燕麦枯(difenzoquat),化学名称:1,2-二甲基-3,5-二苯基吡唑硫酸甲酯。该农药是选择性苗后茎叶处理剂,主要用于大麦、小麦、黑麦田防除野燕麦,对人、畜属中等毒性。本方法是在参考美国氰胺公司野燕枯农药分析方法的基础上结合我国仪器设备条件制定的,适用于小麦的分析。

小麦中野燕枯残留量的测定

1 范围

本标准规定了小麦中野燕枯残留量的气相色谱测定方法。

本标准适用于小麦中野燕枯残留量的测定。

本方法的检出限为 4.0 ng;线性范围为 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2 原理

试样中野燕枯以有机溶剂提取,经液-液分配去除干扰物后,用气相色谱仪氮磷检测器检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 二氯甲烷。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 氯化钠。

3.5 农药标准溶液:精确称取野燕枯农药标准品(Avenge,纯度 $\geq 99.99\%$),用丙酮配制成浓度约为 1.0 mg/mL 的标准储备液,使用时根据仪器灵敏度用丙酮稀释成适当浓度的标准工作液。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:配有氮磷检测器。

4.2 高速组织捣碎机。

4.3 旋转蒸发器。

5 分析步骤

5.1 提取

称取试样 20 g(精确至 0.001 g)置于高速组织捣碎机的广口瓶中,加入 100 mL 丙酮,高速匀浆 5 min,抽滤,滤渣和容器用 2 \times 20 mL 丙酮淋洗,滤液用旋转蒸发器(40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴)浓缩至约 2.0 mL,待净化。

5.2 净化

向 500 mL 分液漏斗中加入 50 mL 30%氯化钠水溶液,用 50 mL 二氯甲烷将浓缩液分数次转移到分液漏斗中,振摇 1 min,静止分层,有机相通过无水硫酸钠收集;再用 2 \times 50 mL 二氯甲烷萃取并收集,浓缩并转移至刻度试管中,定容至 1.0 mL,待测。

5.3 气相色谱参考分析条件

5.3.1 色谱柱:HP-608,30m \times 0.53 mm \times 0.5 μm 。

5.3.2 色谱柱温度:起始温度 150 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow 升温速率 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 终止温度 260 $^{\circ}\text{C}$,保持时间 5 min。

5.3.3 进样口温度:240 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.4 检测器温度:270 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.5 气体流速:氮气 13 mL/min;

尾吹气 36 mL/min;