

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.220—2008

粮谷中敌菌灵残留量的测定

Determination of the residues of anilazine 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

本标准参考了《日本食品中农药残留限量及检验方法》和 AOAC 988.04《农药制剂中的敌菌灵》，本标准与上述方法的一致性程度为非等效。

本标准附录 A、附录 B 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、曹鹏、张化海、王洪兵、储晓刚。

粮谷中敌菌灵残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮谷中敌菌灵残留量的测定方法。

本标准适用于玉米、大米中敌菌灵残留量的测定。

本标准在玉米、大米中检出限为 0.002 mg/kg,线性范围为 0.010 mg/L~0.200 mg/L。

第一法 气相色谱法

2 原理

根据敌菌灵的溶解性用乙腈提取试样,提取液经二氯甲烷反提取,旋转蒸干后以正己烷溶解,用配有电子俘获检测器的气相色谱仪(GC-ECD)测定,外标法定量。

3 试剂和材料

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

3.1 乙腈(CH₃CN)。

3.2 二氯甲烷(CH₂Cl₂)。

3.3 正己烷(C₆H₁₄)。

3.4 饱和氯化钠溶液。

3.5 无水硫酸钠(Na₂SO₄):于 650 ℃灼烧 4 h,冷却后贮于干燥器中备用。

3.6 敌菌灵标准品(C₆H₂Cl₃O):纯度 ≥ 99%。

3.7 敌菌灵标准溶液:准确称取适量的敌菌灵标准品,精确至 0.000 1 g,用少量丙酮溶解,用正己烷定容成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液,再根据需要用正己烷稀释成适当的不同浓度的标准工作溶液,保存于 4 ℃冰箱中,可使用 90 d。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:配有电子捕获检测器(ECD)。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 振荡器。

4.4 分液漏斗:500 mL。

5 分析步骤

5.1 提取净化

称取粉碎并通过 2.0 mm 圆孔筛的试样 10 g(精确至 0.1 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 70 mL 乙腈,在振荡器上振荡 30 min,过滤,分别用 20 mL、15 mL 乙腈清洗锥形瓶,过滤。合并滤液至装有 300 mL 水及 25 mL 饱和氯化钠溶液的 500 mL 分液漏斗中,用二氯甲烷提取 3 次(每次用量 40 mL),合并二氯甲烷溶液,过装有 2 g 无水硫酸钠的玻璃柱,收集流出液,于 30 ℃旋转蒸发至干,用正己烷溶解残渣并定容至 1.0 mL,此溶液供气相色谱测定。