

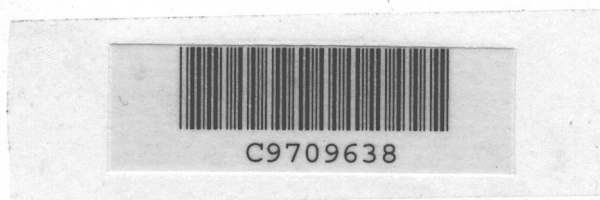


中华人民共和国国家标准

GB/T 16337—1996

大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定

Determination of fomesaten residues in soya and cereals



1996-06-19 发布

1996-09-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

2

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定

GB/T 16337—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1997年3月第一版 1997年3月第一次印刷
印数 1—1500

*

书号: 155066 • 1-13537 定价 5.00 元

*

标 目 304—57

GB/T 16337—1996

前 言

氟磺胺草醚(Fomesafen)是联苯醚类选择性除草剂,用于大豆田阔叶杂草的防除极为有效,但在土壤中残效期较长,对间作、套作及后茬作物均有影响。本方法测定大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量灵敏度、准确度高,操作简便,干扰少。

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准起草单位:北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所、北京市食品工业研究所。

本标准主要起草人:孙淳、吴国华、张莹、方丛容、王天丽。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。



中华人民共和国国家标准

GB/T 16337—1996

大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定

Determination of fomesaten residues in soya and cereals

1 范围

本标准规定了大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定。

2 原理

样品中氟磺胺草醚在酸性条件下用有机溶剂提取,经液-液分配及柱净化除去干扰物质后,以高效液相色谱-紫外检测器测定,根据色谱峰的保留时间定性,外标法峰高定量。

3 试剂

3.1 甲醇(色谱纯)。

3.2 乙醚:重蒸馏。

3.3 三氯甲烷。

3.4 净化柱:硅镁吸附剂色谱预处理小柱,使用前先用 5 mL 三氯甲烷淋洗。

3.5 盐酸(83 mL/L):吸取 8.3 mL 浓盐酸,加水稀释至 100 mL。

3.6 氢氧化钠溶液(4.0 g/L):称取 0.4 g 氢氧化钠,溶于水中,稀释至 100 mL。

3.7 硫酸钠溶液(20 g/L):称取 20 g 硫酸钠,溶于水中,稀释至 1 000 mL,用氢氧化钠溶液(3.6)调 pH = 11。

3.8 丙酮溶液:取 980 mL 丙酮(重蒸馏),加 20 mL 盐酸。

3.9 甲醇+三氯甲烷(3+7)。

3.10 高效液相色谱流动相(甲醇+0.01 mol/L 乙酸钠=60+40 pH=3.0):称取 0.544 g 结晶乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶于水中,稀释至 400 mL,加 600 mL 甲醇(3.1),混匀,用磷酸(优级纯)调 pH = 3.2,经 0.5 μm 滤膜过滤,超声波脱气。流速 1.0 mL/min。

3.11 氟磺胺草醚标准储备溶液:准确称取氟磺胺草醚 0.100 0 g,置于 100.0 mL 容量瓶中。加甲醇(3.1)溶解后定容至刻度;此溶液 1.00 mL 含 1.00 mg 氟磺胺草醚。

3.12 氟磺胺草醚标准中间溶液:吸取 5.0 mL 氟磺胺草醚标准储备溶液(3.11)于 50.0 mL 容量瓶中。加甲醇(3.1)定容至刻度;此溶液 1.00 mL 含 100.0 μg 氟磺胺草醚。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪

4.1.1 紫外波长检测器:测定波长 290 nm,0.04 AUFS。

4.1.2 色谱柱:十八烷基硅胶键合相,柱长 200 mm,内径 4.6 mm。

4.2 振荡器。

- 4.3 电热恒温水浴。
 4.4 具塞三角瓶:250 mL。
 4.5 过滤器具:玻璃砂芯漏斗(G3,100 mL),抽滤瓶(100 mL)。
 4.6 分液漏斗:250 mL。
 4.7 玻璃注射器:10 mL。

5 分析步骤

5.1 样品处理

5.1.1 提取:将样品粉碎过 20 目筛、混匀。称取约 20 g 试样,精确至 0.001 g,置于三角瓶(4.4)中,加入 100 mL 丙酮溶液(3.8),于振荡器上振摇 15 min,静置分层,取上层溶液用过滤器具(4.5)过滤。

5.1.2 净化:量取 60 mL 滤液于分液漏斗中,加入 100 mL 硫酸钠溶液(3.7),用氢氧化钠溶液(3.6)调 pH=10~11,加入 50 mL 乙醚振摇,静置分层,弃去上层乙醚。

下层溶液用盐酸溶液(3.5)调 pH=1~2,加入 50 mL 乙醚振摇 2 min,静置分层,收集乙醚层,下层溶液再用 50 mL 乙醚振摇一次,合并乙醚层,静置 15 min,排净水层,放入蒸发皿中,置于电热恒温水浴上蒸至尽干。

用 6 mL 三氯甲烷分三次溶解残渣,合并移入已接好净化柱(3.4)的注射器(4.7)中,推动注射器使样液缓慢通过净化柱,用 10 mL 三氯甲烷淋洗净化柱,弃去淋洗液,用 20 mL 甲醇+三氯甲烷(3.9)洗脱,收集洗脱液于蒸发皿中,置于电热恒温水浴上蒸至尽干,用少量甲醇(3.1)多次溶解残渣于刻度离心管中,最终定容至 1.0 mL 供液相色谱分析。

5.2 测定

5.2.1 液相色谱参考条件:见 3.10,4.1。

5.2.2 绘制校准曲线:分别吸取 0.5,1.0,2.0,4.0,8.0 mL 氟磺胺草醚标准中间溶液(3.12)于 5 支 100.0 mL 容量瓶中,加甲醇(3.1)稀释至刻度,此标准系列的氟磺胺草醚浓度分别为 0.5,1.0,2.0,4.0,8.0 $\mu\text{g/mL}$ 。取各浓度标准 10 μL 进样,以氟磺胺草醚的浓度为横坐标,峰高为纵坐标绘制校准曲线。

5.2.3 校准曲线:氟磺胺草醚校准曲线见图 1。

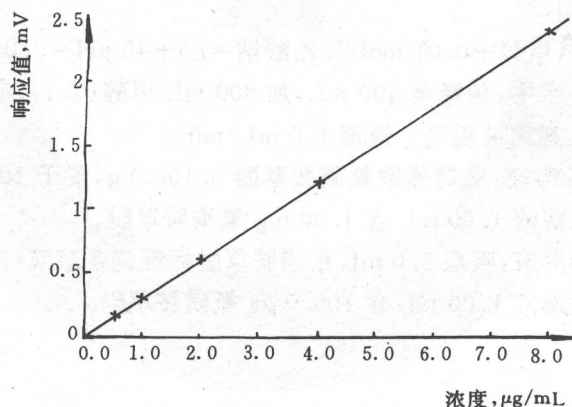


图 1 氟磺胺草醚校准曲线

5.2.4 色谱分析:取 10 μL 样品溶液注入液相色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰高,用保留时间确定氟磺胺草醚,根据峰高,从校准曲线上查出氟磺胺草醚含量。

5.2.5 色谱图:氟磺胺草醚标准色谱图见图 2。

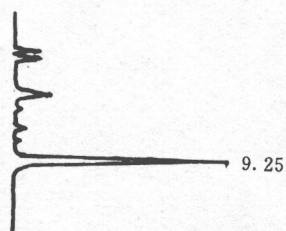


图 2 氟磺胺草醚标准色谱图

6 结果

6.1 计算

$$c = \frac{c_1 \cdot V_0}{m \cdot \frac{V_1}{V_2}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：c——样品中氟磺胺草醚的含量，mg/kg。

c_1 ——相当于标准的含量， $\mu\text{g/mL}$ 。

V_0 ——净化液定容体积，mL。

V_1 ——量取过滤溶液体积，mL。

V_2 ——提取溶液体积，mL。

m ——试样的质量，g。

6.2 精密度和准确度

对添加氟磺胺草醚浓度范围 0.05~0.25 mg/kg 的大豆、玉米、高粱、小麦、大米等样品进行重复测定，相对标准差为 3.8%~9.0%，回收率为 88.0%~97.5%。

6.3 检出限和标准曲线线性范围

仪器检出限 2.0 ng，方法检出限 0.02 mg/kg。标准系列浓度 0.5 $\mu\text{g/mL}$ ~32.0 $\mu\text{g/mL}$ 其相关系数 $r=0.999\ 98$ 。