



中华人民共和国国家标准

GB/T 16338—1996

粮食中绿麦隆残留量的测定

Determination of chlorotoluron residue in cereals



1996-06-19 发布

1996-09-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
粮食中绿麦隆残留量的测定

GB/T 16338—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—1 500

*

书号: 155066·1-13536 定价 5.00 元

*

标 目 304—58

前 言

绿麦隆(Chlorotoluron),化学名称为 $N'-(3\text{-氯-4-甲基苯基})\text{-N,N-甲基脲}$,是一种选择性内吸传导型除草剂。适用于玉米、小麦、大豆、高粱田防除多种杂草。自 80 年代以来已在我国广泛使用,绿麦隆原药和 25%可湿性粉剂在国内有多家农药厂生产并获得我国农药老品种登记。本标准参考国内外有关绿麦隆农药残留量的测定方法提出。

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准负责起草单位:华西医科大学公共卫生学院,参加起草单位:四川省卫生防疫站和四川省劳动卫生职业病防治研究所。

本标准主要起草人:黎源倩、牟文萱、孙成均、向仕学、张立实。

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 16338—1996

粮食中绿麦隆残留量的测定

Determination of chlorotoluron residue in cereals

1 范围

本标准规定了粮食中绿麦隆残留量的检验方法。

本标准适用于使用过该除草剂的小麦、玉米和大豆中绿麦隆残留量的测定。

2 原理

样品中的绿麦隆用甲醇水振摇提取,过滤后,滤液用二氯甲烷-石油醚混合溶剂萃取,以丙酮-石油醚为淋洗剂,经硅镁吸附剂净化,洗脱液浓缩后用七氟丁酸酐衍生化。衍生产物用气相色谱法,电子捕获检测器测定,采用保留时间定性,峰高比较法定量。

3 试剂

本方法中,所用试剂为分析纯;试验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

- 3.1 甲醇:重蒸馏。
- 3.2 二氯甲烷:重蒸馏。
- 3.3 三氯甲烷:重蒸馏。
- 3.4 石油醚:沸程 60~90℃,重蒸馏。
- 3.5 丙酮:重蒸馏。
- 3.6 无水硫酸钠。
- 3.7 50 g/L 碳酸氢钠溶液。
- 3.8 饱和氯化钠溶液。
- 3.9 七氟丁酸酐:色谱纯。
- 3.10 硅镁吸附剂:100~200 目,于 550℃灼烧 5 h,置于干燥器中。使用前取 100 g 硅镁吸附剂加 5 mL 蒸馏水减活化,平衡过夜,混匀备用。放置两天以上,用前于 130℃加热活化 5 h,再按上述比例加水减活化后使用。
- 3.11 绿麦隆标准溶液:准确称取绿麦隆标准品,用丙酮配制成 1 mg/mL 的标准储备液,于冰箱(4℃)中保存,临用时用丙酮稀释成 10 µg/mL 的标准使用液。

4 仪器

- 4.1 带有电子捕获检测器(ECD)的气相色谱仪。
- 4.2 小型食品粉碎机。
- 4.3 电动振荡器。
- 4.4 恒温水浴箱。
- 4.5 小型全玻减压蒸馏装置或旋转蒸发器。

5 分析步骤

5.1 提取

5.1.1 玉米、大豆、小麦:称取 25 g 粉碎并通过 20 目筛的样品于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 120 mL 甲醇水(3+2)于电动振荡器上振摇 30 min,用快速定性滤纸过滤,滤液转入 250 mL 容量瓶中,残渣再加 80 mL 甲醇水(3+2)振摇 30 min,过滤,合并滤液,用甲醇水稀释至 250 mL。

对于玉米和大豆样品,取 50 mL 滤液(相当于 5 g 样品)置于 250 mL 分液漏斗中,加入 20 mL 饱和氯化钠溶液和 30 mL 蒸馏水,用二氯甲烷-石油醚(3.5+6.5)混合溶剂振摇提取 3 次,每次用溶剂 20 mL,振摇 1 min,合并二氯甲烷-石油醚提取液。对于小麦样品,取 50 mL 滤液(相当于 5 g 样品)置于 250 mL 分液漏斗中,加入 50 mL 饱和氯化钠溶液,用三氯甲烷-石油醚(3.5+6.5)提取 3 次,每次 20 mL,振摇 1 min。合并三氯甲烷-石油醚提取液和乳化层,用 20 mL 饱和氯化钠溶液振摇,待静止分层后,弃掉下层氯化钠溶液。上述提取液经盛有 10 g 无水硫酸钠的漏斗,滤入 100 mL 圆底烧瓶内,用少量提取液分数次洗涤漏斗及其内容物,洗液并入滤液。于 60±1℃ 恒温水浴上减压蒸去大部分溶剂,用氮气或净化空气吹干溶剂。用 5 mL 石油醚溶解残渣,供净化用。

5.2 净化

于层析柱(内径 1~2 cm)装入 2 g 无水硫酸钠,称取 10~15 g 硅镁吸附剂,用 30 mL 石油醚湿法装柱,柱上端铺 1 cm 厚无水硫酸钠。当柱内液面降至吸附剂表面时,将样品溶液小心转入层析柱上。用 60 mL 丙酮-石油醚(1+4)淋洗,淋洗液分数次洗涤装样品溶液的圆底烧瓶后再转入层析柱中,洗脱速度 0.5~1 mL/min,用另一 100 mL 带磨口塞的圆底烧瓶收集洗脱液,于 60±1℃ 恒温水浴上减压浓缩近干,用氮气或净化空气吹干溶剂。准确加入 4 mL 正己烷供衍生化用。

5.3 衍生化

于上述具塞圆底烧瓶中加入 20 μL 七氟丁酸酐,立即盖紧玻璃塞,混匀后置于 60±1℃ 恒温水浴上,加热反应 1 h。取出后用水冷却至室温,加入 4 mL 碳酸氢钠溶液,混匀。将衍生化产物转入 10 mL 具塞试管中,取上层正己烷溶液进行气相色谱分析。

5.4 测定

5.4.1 色谱条件:2 m×3 mm 不锈钢色谱柱,内装涂有 3% OV-17,Chromosorb W AW DMCS(80~100 目)的固定相。柱温为 175℃,进样口和检测室温度为 230℃。氮气流速 30 mL/min。

5.4.2 气相色谱分析:配制与样品中绿麦隆浓度相近的标准使用液,经衍生化后取 2 μL 标准使用液和样品溶液分别注入气相色谱仪,各重复测定 3 次,以保留时间定性,以样品的峰高平均值和标准溶液的峰高平均值比较定量。

6 结果

6.1 计算

测定时,当样品溶液和标准溶液的进样体积相同时,样品中绿麦隆的浓度按式(1)计算:

$$X = \frac{C \times h_i \times V_i}{m \times h_s} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: X——样品中绿麦隆的含量,mg/kg;

C——绿麦隆标准溶液的浓度,μg/mL;

h_i ——样品的色谱峰高平均值,cm;

h_s ——标准溶液色谱峰高平均值,cm;

V_i ——样品衍生化溶液的体积,mL;

m——用于测定的甲醇水提取液所相当的样品质量,g。

6.2 当进样量为 2 μL 时,本标准的最低检出量为 0.025 ng,对于 5 g 样品,方法的检出限为 0.01 mg/kg;线性范围为 0~2.50 $\mu\text{g/mL}$,当加入绿麦隆标准溶液的浓度为 0.10~0.60 mg/kg 时,小麦样品的平均加标回收率为 82.4%~91.2%;玉米样品的平均加标回收率为 86.7%~87.0%;大豆样品的平均加标回收率为 84.7%~88.6%;相对标准偏差 4.1%~10.3%。
