



中华人民共和国国家标准

GB/T 16339—1996

大米中禾大壮残留量的测定

Determination of molinate residue in rice



C9709642

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
大米中禾大壮残留量的测定
GB/T 16339—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 5 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: 155066·1-13535 定价 5.00 元

*

标 目 304—59

前 言

禾大壮(ordram),通用名为禾草特,molinate,化学名称为N,N-六甲基撑硫赶氨基甲酸酯,是近年来在我国广泛使用的一种防治稻田稗草的除草剂。本标准参考国外有关禾大壮的测定方法制定。

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、方亚群、杨庆、张立实、王瑞淑。

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 16339—1996

大米中禾大壮残留量的测定

Determination of molinate residue in rice

1 范围

本标准规定了大米中禾大壮残留量的检验方法。

本标准适用于使用过禾大壮作为除草剂的大米中禾大壮残留量的测定。

2 原理

将含有禾大壮的大米样品,用丙酮水(1+1)振摇提取,过滤后滤液在酸性水溶液(pH 为 3.0~3.5)中用石油醚提取,提取液经硅镁吸附剂净化,浓缩后用带有火焰光度检测器的气相色谱仪测定,根据保留时间定性,样品的色谱峰高值和标准的峰高值比较定量。

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 丙酮:重蒸馏。

3.2 石油醚:沸程 30~60 °C,重蒸馏。

3.3 乙醚。

3.4 无水硫酸钠。

3.5 硅镁吸附剂:100~200 目,于 550 °C 灼烧 3 h,贮存于干燥器内。临用前取 100 g 硅镁吸附剂加 2 mL 蒸馏水减活化,平衡过夜,混匀备用。放置时间超过两天,用前应于 130 °C 烘 5 h,再按上述比例加水减活化后使用。

3.6 0.05 mol/L 盐酸。

3.7 禾大壮标准溶液:准确称取禾大壮标准品,用丙酮配成 1 mg/mL 的标准储备液,储存于冰箱(4 °C)中,使用时用丙酮稀释成 1 µg/mL 的标准使用液。

4 仪器

4.1 带有火焰光度检测器(FPD)的气相色谱仪。

4.2 电动振荡器。

4.3 恒温水浴箱。

4.4 小型粉碎机。

4.5 全玻减压蒸馏装置或旋转蒸发器。

4.6 K.D 浓缩器。

5 分析步骤

5.1 提取

称取 20 g 经粉碎并过 20 目筛的大米样品置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加 100 mL 丙酮水(1+1)振荡提取 30 min,用铺有玻璃纤维滤纸的布氏漏斗抽滤,再用 100 mL 丙酮水(1+1)洗涤残渣 3~4 次,抽滤。合并滤液转入 500 mL 分液漏斗中,加入 0.05 mol/L 盐酸 3 mL,用石油醚提取 3 次,每次 20 mL,振荡 1 min。石油醚层经 5 g 无水硫酸钠脱水后于 45±1℃ 恒温水浴上减压浓缩至约 5 mL。

5.2 净化

将少许玻璃棉装入 10 mm×250 mm 的层析柱中,加入 2 g 无水硫酸钠,5 g 硅镁吸附剂,用 20 mL 石油醚湿法装柱,柱上端再铺 2 g 无水硫酸钠。当柱内液面降至吸附剂表面时,将提取液小心转入层析柱上。用 50 mL 乙醚-石油醚(1+1)洗脱,洗脱速度为 1 mL/min。收集洗脱液,用 K.D 浓缩器在 45±1℃ 恒温水浴上减压浓缩,定容至 5 mL,将此样品溶液置于冰水浴中,取 2 μL 进行气相色谱分析。

5.3 气相色谱测定

5.3.1 色谱柱为 2 m×3 mm 玻璃柱,内装涂有 3%OV-17 的 Gas Chrom Q 担体(80~100 目)。

5.3.2 温度:柱温为 200℃,气化室和检测器的温度为 220℃。

5.3.3 气体流速:氮气(N₂)(99.99%)为 40 mL/min;氢气(H₂)为 65 mL/min;空气为 30 mL/min。

5.3.4 测定:配制与样品中禾大壮浓度相近的标准使用液,取 2 μL 标准使用液和样品溶液分别注入色谱仪,重复测定 3 次,以保留时间定性,用样品的峰高平均值与标准的峰高平均值比较定量。

6 结果

6.1 计算

由于火焰光度检测器(FPD)在 394 nm 处对硫的响应不呈线性关系,但与禾大壮中所含硫浓度的平方成正比。测定时,当样品溶液与标准溶液的进样量相同时,样品溶液中禾大壮的浓度按下式计算:

$$C_i = \sqrt{\frac{C_s^2 \cdot h_i}{h_s}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: C_i ——待测样品溶液的浓度,μg/mL;

C_s ——标准溶液的浓度,μg/mL;

h_i ——样品溶液的色谱峰高,mV(mm);

h_s ——标准溶液的色谱峰高,mV(mm)。

$$X = \frac{C_i \times V_i}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——样品中禾大壮的含量,mg/kg;

V_i ——待测样品溶液的体积,mL;

m ——样品质量,g。

C_i 定义同式(1)。

6.2 对于 20 g 大米样品,本标准检测限为 0.01 mg/kg。标准曲线的线性范围为 0~1.0 μg/mL。大米样品中加入 0.05~0.30 mg/kg 的禾大壮标准溶液,回收率为 83.6%~95.7%,平均回收率为 88.0%。相对标准偏差为 3.5%~5.7%。