

ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.155—2003  
代替 GB/T 17408—1998

---

## 大米中稻瘟灵残留量的测定

Determination of isoprothiolane residues in rice

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

本标准代替 GB/T 17408—1998《大米中稻瘟灵残留量的测定》。

本标准与 GB/T 17408—1998 相比主要修改如下：

——增加了引言；

——按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：四川省卫生防疫站。

本标准主要起草人：向仕学、谢碧俊、方亚群、魏学仪、付松。

原标准于 1998 年首次发布，本次为第一次修订。

## 引 言

稻瘟灵,又名富士一号(IPT),化学名称为1,3-二硫戊环-2-叉丙二酸二异丙酯,属低毒杀菌剂,是防治稻瘟病(叶瘟和穗瘟)的特效农药。该药已在我国水稻上获得登记。我国规定稻瘟灵在大米中的残留限量为1.0 mg/kg。本标准提供了检测大米中稻瘟灵残留量的方法。

# 大米中稻瘟灵残留量的测定

## 1 范围

本标准规定了大米中稻瘟灵残留量的测定方法。

本标准适用于大米中稻瘟灵的残留量分析。

本方法检出限为 0.26 ng；若取大米试样 20g，检出浓度为 0.013 mg/kg。标准线性范围为 0 ng~15 ng。

## 2 原理

试样中稻瘟灵残留农药用有机溶剂提取，经硅镁吸附剂净化等一系列步骤除去杂质。用带火焰光度检测器的气相色谱仪测定。采用保留时间定性，以试样与标准的峰高值比较定量。

## 3 试剂

3.1 丙酮：重蒸馏。

3.2 二氯甲烷：重蒸馏。

3.3 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )。

3.4 硅镁吸附剂：60 目~100 目，550℃灼烧 5 h，以 5%水减活化，混匀，放置 2 d 以上。用前于 130℃烘 2 h，以 5%水减活化，平衡过夜后使用。

3.5 稻瘟灵标准溶液：准确称取稻瘟灵标准品(isoprothiolane 纯度 $\geq 97.5\%$ )，用丙酮配制成 1.0 mg/mL 的标准储备液，冰箱保存。临用时用丙酮逐级稀释成 1.0  $\mu\text{g/mL}$  的标准使用液。

## 4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪：配火焰光度检测器(FPD)。

4.2 小型粉碎机。

4.3 电动振荡器。

4.4 K-D 浓缩器。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

试样经粉碎并过 20 目筛。称取 20 g 试样，精确至 0.001 g，置于具塞锥形瓶中。

### 5.2 提取

向上述锥形瓶中加入 50 mL 丙酮，于电动振荡器上振荡 30 min，用快速定性滤纸过滤于烧杯中，残渣再用 30 mL 丙酮按上法再提取一次。用 30 mL 丙酮分次洗涤残渣，洗液并入烧杯中，于 50℃水浴上浓缩近干。

### 5.3 净化

#### 5.3.1 层析柱的制备

层析柱( $\phi 20\text{ mm}\times 200\text{ mm}$ )下端装入 2 cm 高的无水硫酸钠，称取 10 g 硅镁吸附剂装入层析柱，柱上端再装 2 cm 高的无水硫酸钠。用 20 mL 二氯甲烷淋洗净化柱，并弃去淋洗液。

#### 5.3.2 试样提取液的净化

用少量二氯甲烷溶解试样提取浓缩液，缓缓倾入层析柱，弃流出液。用 100 mL 二氯甲烷洗脱，洗脱速度为 0.5 mL/min~1.0 mL/min。收集洗脱液于 K-D 浓缩瓶中，减压浓缩至 1.0 mL 以下。用丙酮洗涤 K-D 浓缩器继续浓缩至 1.0 mL 以下。最后用丙酮定容至 1.0 mL，待测。

### 5.4 气相色谱参考条件