

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.164—2003

大米中丁草胺残留量的测定

Determination of butachlor 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：浙江省医学科学院。

本标准主要起草人：蒋世熙、卢秀静。

引 言

丁草胺(Butachlor),又名灭草特、去草胺,商品名称:马歇特(Machete)。属低毒除草剂。

我国已制定大米中丁草胺的残留限量标准,规定丁草胺在大米中的残留限量为 0.5 mg/kg。本标准适用于使用过丁草胺制剂的水稻加工品,大米中丁草胺的残留量分析。

大米中丁草胺残留量的测定

1 范围

本标准规定了大米中丁草胺残留量的测定方法。

本标准适用于大米中丁草胺残留量的测定。

本标准的检测限:0.03 ng。

线性范围:1.5 ng~15 ng。

2 原理

试样中丁草胺用石油醚提取后,经中性氧化铝柱净化,用具电子捕获检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。

3 试剂

3.1 石油醚:全玻璃蒸馏器蒸馏,收集 68℃ 馏份,经色谱仪分析不含干扰组分。

3.2 中性氧化铝:取层析级 100 目~200 目,130℃ 活化 3 h 冷却后,加 15% 的水混匀减活,放入干燥器中平衡过夜备用。

3.3 无水硫酸钠:130℃ 烘 3 h,干燥器中冷却备用。

3.4 Celite 545:80 目~120 目。

3.5 脱脂棉:将脱脂棉放入索氏提取器中,加丙酮-石油醚(4+96)混合液,于水浴上回流 4 h,抽滤后自然挥干备用。

3.6 丁草胺标准液:用石油醚将丁草胺(butachlor)标准品配制成 1.00 mg/mL 的标准储备液,临用前用石油醚稀释成 20 μg/mL 的标准工作液。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:具电子捕获检测器(ECD,⁶³Ni)。

4.2 电动粉碎机。

4.3 电动振荡器(频率为 240 次/min)。

4.4 旋转蒸发器。

4.5 层析柱:内径 1.5 cm、长 25 cm 玻璃层析柱。

4.6 具塞三角烧瓶:250 mL。

5 分析步骤

5.1 试样的制备

将 1.0 kg 大米试样按四分法对角取样 100 g,用电动粉碎机粉碎,通过 40 目筛的米粉待用。

5.2 提取

称取米粉样 20.0 g,置 250 mL 具塞三角烧瓶中,加 2 g Celite545,混匀后加石油醚 100 mL,浸渍过