

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.133—2003
代替 GB/T 16338—1996

粮食中绿麦隆残留量的测定

Determination of chlorotoluron residues in grains

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 16338—1996《粮食中绿麦隆残留量的测定》。

本标准按 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：华西医科大学公共卫生学院、四川省卫生防疫站、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。

原标准于 1996 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

绿麦隆(chlorotoluron),化学名称为 N' -(3-氯-4-甲基)- 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 20 世纪 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。

粮食中绿麦隆残留量的测定

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。

本方法检出限为 0.01 mg/kg;线性范围为 0.04 mg~2.00 mg。

2 原理

试样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,标准曲线法定量。

3 试剂

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 正己烷:重蒸馏。

3.7 无水硫酸钠。

3.8 50 g/L 碳酸氢钠溶液。

3.9 饱和氯化钠溶液。

3.10 七氟丁酸酐:色谱纯。

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

3.12 绿麦隆标准溶液:准确称取绿麦隆标准品(chlorotoluron),用丙酮配制成 1 mg/mL 的标准储备液,于冰箱(4℃)中保存,临用时用正己烷稀释成 10 μg/mL 的标准使用液。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:具有电子捕获检测器(ECD)。

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 试样预处理

5.1.1 提取 玉米、大豆、小麦试样经粉碎并通过 20 目筛后,称取约 25 g 试样,精确至 0.001 g,置于 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,