

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.172—2003

大豆、花生、豆油、花生油中 氟乐灵残留量的测定

Determination of trifluralin residues in
soybean, peanut, soybean oil, peanut oil

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位：浙江省医学科学院。

本标准主要起草人：蒋世熙、卢秀静。

引 言

氟乐灵(Trifluralin),又名特福力、氟特力、茄科宁。属低毒除草剂。

我国已制定大豆、花生、豆油、花生油中氟乐灵的残留限量标准,规定氟乐灵在大豆、花生、豆油、花生油中的残留限量为 0.05 mg/kg。本标准适用于使用过氟乐灵制剂的大豆、花生及其豆油、花生油中的氟乐灵残留量分析。

大豆、花生、豆油、花生油中 氟乐灵残留量的测定

1 范围

本标准规定了大豆、花生、豆油、花生油中氟乐灵残留量的测定方法。

本标准适用于大豆、花生、豆油、花生油中氟乐灵残留量的测定。

本方法的检出限为 0.001 ng。线性范围:0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2 原理

试样中氟乐灵用甲醇或丙酮提取后,经液-液分配和弗罗里硅土柱净化后,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 甲醇:全玻璃蒸馏器重蒸。

3.2 丙酮:全玻璃蒸馏器重蒸。

3.3 石油醚:取 1 000 mL 石油醚(60℃~90℃)加 1 g 氢氧化钠和 1 g 沸石,回流 7 h~8 h 后冷却过夜,全玻璃蒸馏器蒸馏。

3.4 无水硫酸钠:取 50 g 无水硫酸钠用经处理过的石油醚 50 mL 振摇过滤,再加 25 mL 石油醚振摇过滤。自然风干后 350℃烘 4 h,干燥器中冷却备用。

3.5 硫酸钠溶液:50 g/L。

3.6 弗罗里硅土:层析用(60 目~120 目),于 650℃灼烧 8 h,干燥器冷却后加 5%(质量分数)蒸馏水振摇均匀,平衡过夜待用。

3.7 脱脂棉:将脱脂棉放入索氏提取器中,加丙酮-石油醚(4+96)溶剂,于水浴上回流 4 h,抽干后让其自行挥发至干。

3.8 活性炭:取 100 g 粉状活性炭用 6 mol/L 盐酸调成浆状,煮沸 1 h 后抽滤,用蒸馏水洗至无氯离子,120℃烘干备用。

3.9 氟乐灵标准溶液用石油醚将氟乐灵标准品(Trifluralin 含量 \geq 99.5%)配制成 1.00 mg/mL 的标准储备液,临用前用石油醚稀释成 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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, Ni^{63})。

4.2 电动粉碎机。

4.3 电动振荡器。

4.4 离心机:3 000 r/min。

4.5 全玻璃蒸馏装置。

4.6 旋转蒸发器。

4.7 层析柱:内径 1.5 cm,长 25 cm 玻璃层析柱。

4.8 具塞三角烧瓶:250 mL。

4.9 分液漏斗:125 mL、250 mL。