

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.201—2003

梨中烯唑醇残留量的测定

Determination of diniconazole residues in pear

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。

本标准由农业部农药检定所、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人：秦冬梅、杨大进。

引 言

烯唑醇(diniconazole),商品名称:速保利(Sumi-eight),化学名称:(E)-1-(2,4-二氯苯基)-4,4-二甲基-2-(1,2,4-三唑-1基)-2-戊烯-3-醇。烯唑醇属三唑类杀菌剂,具有保护、治疗、铲除等杀菌作用,是一种广谱、高效、低毒、低残留的杀菌剂。主要用于防治梨黑星病、苹果白粉病和玉米黑穗病等。本方法是在参考日本住友化学株式会社速保利农药检测方法的基础上结合我国仪器设备条件建立的,适用于梨中烯唑醇残留量的测定。

梨中烯唑醇残留量的测定

1 范围

本标准规定了梨中烯唑醇残留量的测定方法。

本标准适用于梨中烯唑醇农药残留的分析。

本方法的检出限为 1.0 ng。线性范围为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2 原理

试样中烯唑醇用有机溶剂提取,经液液分配及柱层析净化除去干扰物质,浓缩定容后,用氮磷检测器(NPD)检测,根据保留时间定性,外标法定量。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 二氯甲烷。

3.3 甲苯。

3.4 正己烷。

3.5 氯化钠。

3.6 无水硫酸钠。

3.7 硅胶:层析用,100目~200目,120 $^{\circ}\text{C}$ 烘4h,冷却至室温后加入1.5%水减活,振荡3h,静置过夜。

3.8 烯唑醇标准溶液:称取一定量的烯唑醇标准物质(纯度 $\geq 99.99\%$),用丙酮配制成1.0 mg/mL的标准储备液,贮于冰箱(0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$)中;使用时吸取一定量的标准储备液,用丙酮稀释成1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准使用溶液。

4 仪器

4.1 振荡器。

4.2 层析柱:内径1.5 cm,长40 cm。

4.3 旋转蒸发器。

4.4 气相色谱仪:附氮磷检测器(NPD)。

5 分析步骤

5.1 提取

称取30 g试样于150 mL三角瓶中,加入40 mL丙酮,振荡提取1 h。布氏漏斗真空抽滤,残渣及过滤装置用30 mL、10 mL丙酮涮洗。收集全部滤液于500 mL分液漏斗中,加入80 mL 10%的氯化钠水溶液,用40 mL二氯甲烷萃取10 min,萃取液过装有无水硫酸钠的漏斗,再用30 mL二氯甲烷萃取一次,合并萃取液,于40 $^{\circ}\text{C}$ 旋转蒸发器上浓缩至约1 mL,加入2次正己烷每次5 mL以蒸去二氯甲烷,最终浓缩至约1 mL,待净化。

5.2 净化

在玻璃层析柱下端塞入适量脱脂棉,加入约20 mL正己烷,依次装入2 cm高无水硫酸钠、1 g硅胶、2 cm高无水硫酸钠,将正己烷放出至与层析柱内填充物表面持平。然后将上述浓缩物移入层析柱中,先以8 mL甲苯+丙酮(95+3)淋洗,弃掉。再以10 mL甲苯+丙酮(4+1)淋洗,收集淋洗液,减压