



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.142—2003
代替 GB/T 17328—1998

植物性食品中吡氟禾草灵、 精吡氟禾草灵残留量的测定

Determination of fluazifop-butyl and its acid
residues in vegetable food

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 17328—1998《食品中稳杀得、精稳杀得残留量的测定》。

本标准与 GB/T 17328—1998 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《植物性食品中吡氟禾草灵、精吡氟禾草灵残留量的测定》；
- 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：哈尔滨医科大学。

本标准主要起草人：崔鸿斌、赵秀娟、陈炳卿、孙志涌、吴坤。

原标准于 1998 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

吡氟禾草灵(稳杀得)、精吡氟禾草灵(精稳杀得)是高效低毒的化学除草剂,应用于甜菜田、大豆田的田间除草,我国规定了甜菜、大豆中吡氟禾草灵、精吡氟禾草灵最大残留量均为 0.5 mg/kg。本标准是与之配套的测定方法。

由于吡氟禾草灵和精吡氟禾草灵施用后在环境或植物体内会降解为吡氟禾草灵酸,所以本标准亦规定了吡氟禾草灵酸的测定方法。

植物性食品中吡氟禾草灵、 精吡氟禾草灵残留量的测定

1 范围

本标准规定了植物性食品中吡氟禾草灵和精吡氟禾草灵残留量的测定方法。

本标准适用于甜菜田、大豆田一次喷洒化学除草剂吡氟禾草灵和精吡氟禾草灵收获后的甜菜、大豆。

本标准也适用于吡氟禾草灵酸的测定。

本方法检出限为 0.001 ng, 线性范围: 1.0×10^{-12} g ~ 4.0×10^{-10} g。

2 原理

试样经提取、净化、再进行溴化和衍生化后, 以带⁶³Ni 电子捕获检测器的气相色谱仪定量测定。

3 试剂

3.1 甲醇: 重蒸精制。

3.2 乙腈。

3.3 石油醚: 重蒸精制(60℃~90℃)。

3.4 丙酮: 重蒸精制。

3.5 50 g/L 五氟苄基溴。

3.6 无水硫酸钠: 分析纯。

3.7 20 g/L 硫酸钠溶液。

3.8 液溴。

3.9 20 g/L 碳酸钠。

3.10 大豆油。

3.11 氟罗里硅土。

3.12 吡氟禾草灵标准溶液: 精密称取 100.0 mg 吡氟禾草灵(fluazifop butyl)精制品, 加石油醚溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 加石油醚至刻度, 混匀。此溶液每毫升相当吡氟禾草灵 1 mg。

3.13 吡氟禾草灵使用液: 吸取吡氟禾草灵标准溶液 1.0 mL, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用石油醚稀释至刻度, 此溶液每毫升相当于 1.0 μg 吡氟禾草灵。

3.14 精吡氟禾草灵标准溶液: 精密称取 100.0 mg 精吡氟禾草灵精制品, 加石油醚溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 加石油醚至刻度, 混匀。此溶液每毫升相当精吡氟禾草灵(fluazifop-p-butyl) 1 mg。

3.15 精吡氟禾草灵使用液: 吸取精吡氟禾草灵标准溶液 1.0 mL, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用石油醚稀释至刻度, 此溶液每毫升相当于 1.0 μg 精吡氟禾草灵。

4 仪器

4.1 气相色谱仪(电子捕获检测器)。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 组织捣碎机。

4.4 恒温水浴。

4.5 玻璃层析柱。

4.6 5 μ L 微量进样器。

4.7 电动振荡器。

5 分析步骤

5.1 吡氟禾草灵的前处理溴化衍生、净化

5.1.1 甜菜试样的处理

称取 20 g 甜菜试样放入匀浆器内,加入 200 mL 甲醇制成匀浆后,放入三角瓶内密闭过夜,过滤,收集滤液。

5.1.2 大豆试样的处理

粉碎大豆过 40 目筛,称取 10 g 加水 20 mL,乙腈 80 mL,用电动振荡器萃取 30 min 后,过滤,收集滤液。

5.1.3 提取、溴化衍生、净化

取滤液于分液漏斗中,加 150 mL 20 g/L 硫酸钠溶液,80 mL 石油醚萃取,分层后弃去水相,再以 20 g/L 硫酸钠(Na_2SO_4)提取一次。有机相以无水硫酸钠脱水后,用旋转蒸发器在 40 $^\circ\text{C}$ 下浓缩近干。加入 1 mL 20 mg/mL 大豆油丙酮溶液,使瓶内壁分布均匀,除去丙酮。加入 0.4 mL 溴液后迅速密塞溴化,再挥干除去残余溴。加入 20 mL 石油醚,洗涤除去残余溴,浓缩成残渣。以丙酮及石油醚洗净残渣并移入分液漏斗中,再依次加 150 mL 20 g/L 硫酸钠溶液,150 mL 20 g/L 碳酸钠溶液洗涤,弃去水相,有机相通过无水硫酸钠脱水后移入旋转蒸发器中,浓缩挥干石油醚。以 30 mL 乙醚+石油醚(15+85)溶解残渣,通过氟罗里硅土(650 $^\circ\text{C}$ 活化 3 h,130 $^\circ\text{C}$ 过夜)柱,以 120 mL 乙醚+石油醚(15+85)淋洗。收集淋洗液浓缩至干,以石油醚定容,待测定。

5.2 吡氟禾草灵酸的前处理、提取、衍生化、净化

5.2.1 甜菜试样的处理

称取 20 g 甜菜试样切碎、放入匀浆器内加入 100 mL 丙酮、100 mL 水制成匀浆,然后加入 6 mL 6 mol/L 盐酸溶液密塞过夜,过滤,收集滤液。滤液中加入 120 mL 二氯甲烷,150 mL 20 g/L 硫酸钠溶液及 3 mL 6 mol/L 盐酸溶液萃取,分层后,再以 80 mL 二氯甲烷萃取 3 次,合并二氯甲烷液,以无水硫酸钠脱水后,40 $^\circ\text{C}$ 下浓缩至干。

5.2.2 大豆试样的处理、提取

粉碎大豆,过 40 目筛,称取 10 g,加入 97 mL 丙酮、3 mL 6 mol/L 盐酸溶液,浸渍试样过夜后,振荡提取 30 min,滤液置于旋转蒸发器中浓缩近干。用 120 mL 二氯甲烷溶解残渣,并转移入分液漏斗中,以 150 mL 20 g/L 硫酸钠、3 mL 6 mol/L 盐酸溶液萃取,弃去水相,有机相通过无水硫酸钠脱水后,40 $^\circ\text{C}$ 下浓缩至干。

5.2.3 衍生、净化、定容

加入 5 mL 50 g/L 五氟苄基溴、1 mL 吡啶,密塞并于 80 $^\circ\text{C}$ 水浴内进行氟酯化,反应 30 min 后取出,再以 80 mL 石油醚洗涤,转入分液漏斗中。加入 80 mL 20 g/L 硫酸钠溶液萃取,弃去水相,再以 80 mL 20 g/L 硫酸钠萃取,弃水相,再以 50 mL 0.5 mol/L 盐酸溶液萃取,弃去水相,有机相以无水硫酸钠脱水后在 40 $^\circ\text{C}$ 下浓缩至干。以 30 mL 乙醚+石油醚(15+85)溶解残渣,通过氟罗里硅土(650 $^\circ\text{C}$ 活化 3 h,130 $^\circ\text{C}$ 过夜)柱,以 120 mL 乙醚+石油醚(15+85)淋洗,收集淋洗液浓缩至干,以石油醚定容,待测定。

5.3 测定

5.3.1 气相色谱(参考)条件

柱	3 mm \times 2.1 m
担体	Chromosorb W HP(100 目~120 目)

固定相	3%E-60
柱温	245℃
检测温度	295℃
氮气(N ₂)流速	60.0 mL/min
灵敏度	10 ¹
纸速	2.5 mm/min
进样量	1 μL

5.3.2 气相色谱分析

配制吡氟禾草灵和吡氟禾草灵酸系列不同浓度的标准溶液。标准使用液浓度为 1 μg/mL, 分别吸取 1 μL, 2 μL, 3 μL, 4 μL, 5 μL 注入气相色谱仪中, 绘制标准曲线。同时取试样溶液 1 μL 注入气相色谱仪中, 测得的峰面积从标准曲线图中查出相应的含量。

6 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m}$$

式中:

X ——试样中吡氟禾草灵(精吡氟禾草灵)的含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——进样体积中吡氟禾草灵(精吡氟禾草灵)的量, 单位为纳克(ng);

m ——进样体积(mL)相当于试样的质量, 单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。