

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.130—2003
代替 GB/T 16337—1996

大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定

Determination of fomesafen residues in soybeans and cereals

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 16337—1996《大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定》。

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。

本标准起草单位：北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所、北京市食品工业研究所。

本标准主要起草人：孙淳、吴国华、张莹、方从容、王天丽。

原标准于 1996 年首次发布，本次为第一次修订。

大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定

1 范围

本标准规定了大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定。

本方法的检出限为 0.02 mg/kg;线性范围为 5 ng~320 ng。

2 原理

试样中氟磺胺草醚在酸性条件下用有机溶剂提取,经液-液分配及硅镁吸附柱净化除去干扰物质后,以高效液相色谱-紫外检测器测定,根据色谱峰的保留时间定性,外标法峰高定量。

3 试剂

3.1 甲醇(色谱纯)。

3.2 乙醚:重蒸馏。

3.3 三氯甲烷。

3.4 净化柱:硅镁吸附剂色谱预处理小柱,使用前先用 5 mL 三氯甲烷淋洗。

3.5 盐酸(83 mL/L):吸取 8.3 mL 浓盐酸,加水稀释至 100 mL。

3.6 氢氧化钠溶液(4.0 g/L):称取 0.4 g 氢氧化钠,溶于水中,稀释至 100 mL。

3.7 硫酸钠溶液(20 g/L):称取 20 g 硫酸钠,溶于水中,稀释至 1 000 mL,用氢氧化钠溶液(3.6)调 pH=11。

3.8 丙酮溶液:取 980 mL 丙酮(重蒸馏),加 20 mL 盐酸。

3.9 甲醇+三氯甲烷(3+7)。

3.10 高效液相色谱流动相(甲醇+0.01 mol/L 乙酸钠=60+40, pH3.2):称取 0.544 g 结晶乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,稀释至 400 mL,加 600 mL 甲醇(3.1),混匀,用磷酸(优级纯)调 pH=3.2,经 0.5 μm 滤膜过滤,超声波脱气。流速 1.0 mL/min。

3.11 氟磺胺草醚标准储备溶液:准确称取氟磺胺草醚(fomesafen,纯度 98%)0.1000 g,置于 100.0 mL 容量瓶中。加甲醇(3.1)溶解后定容至刻度;此溶液 1.00 mL 含 1.00 mg 氟磺胺草醚。

3.12 氟磺胺草醚标准使用液:吸取 5.0 mL 氟磺胺草醚标准储备溶液(3.11)于 50.0 mL 容量瓶中。加甲醇(3.1)定容至刻度;此溶液 1.00 mL 含 100.0 μg 氟磺胺草醚。可稳定一周。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪(带紫外检测器)

4.2 振荡器。

4.3 电热恒温水锅。

4.4 具塞三角瓶:250 mL。

4.5 过滤器具:玻璃砂芯漏斗(G_3 , 100 mL),抽滤瓶(100 mL)。

4.6 分液漏斗:250 mL。

4.7 玻璃注射器:10 mL。

5 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 提取:将试样粉碎过 20 目筛、混匀。称取约 20 g 试样,精确至 0.001 g,置于三角瓶中,加入 100 mL 丙酮溶液,于振荡器上振摇 15 min,静置分层,取上层溶液用过滤器具过滤。

5.1.2 净化:量取 60 mL 滤液于分液漏斗中,加入 100 mL 硫酸钠溶液,用氢氧化钠溶液调节 pH 在 10~11,加入 50 mL 乙醚振摇,静置分层,弃去上层乙醚。

下层溶液用盐酸溶液调 pH 在 1~2,加入 50 mL 乙醚振摇,静置分层,收集乙醚层,下层溶液再用 50 mL 乙醚振摇一次,合并乙醚,静置 15 min,排尽水层,放入蒸发皿中,置于电热恒温水浴上蒸至近干。

用 6 mL 三氯甲烷分三次溶解残渣,合并移入已接好净化柱的注射器中,推动注射器使样液缓慢通过净化柱,用 10 mL 三氯甲烷淋洗净化柱,弃去淋洗液,用 20 mL 甲醇+三氯甲烷洗脱,收集洗脱液于蒸发皿中,置于电热恒温水浴上蒸至近干,用少量甲醇多次溶解残渣于刻度离心管中,最终定容至 1.0 mL 供液相色谱分析。

5.2 测定

5.2.1 色谱参考条例:紫外检测器:测定波长 290 nm,0.04 AUFS。色谱柱:十八烷基硅胶键合相,柱长 200 mm,内径 4.6 mm。

5.2.2 绘制标准曲线:分别吸取 0.50,1.0,2.0,4.0,8.0 mL 氟磺胺草醚标准使用液于 5 支 100.0 mL 容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,此标准系列的氟磺胺草醚浓度分别为 0.5,1.0,2.0,4.0,8.0 $\mu\text{g/mL}$ 。此溶液临用新配。取各浓度标准 10 μL 进样,以氟磺胺草醚的浓度为横坐标,峰高为纵坐标绘制校准曲线。

5.2.3 标准曲线:氟磺胺草醚校准曲线见图 1。

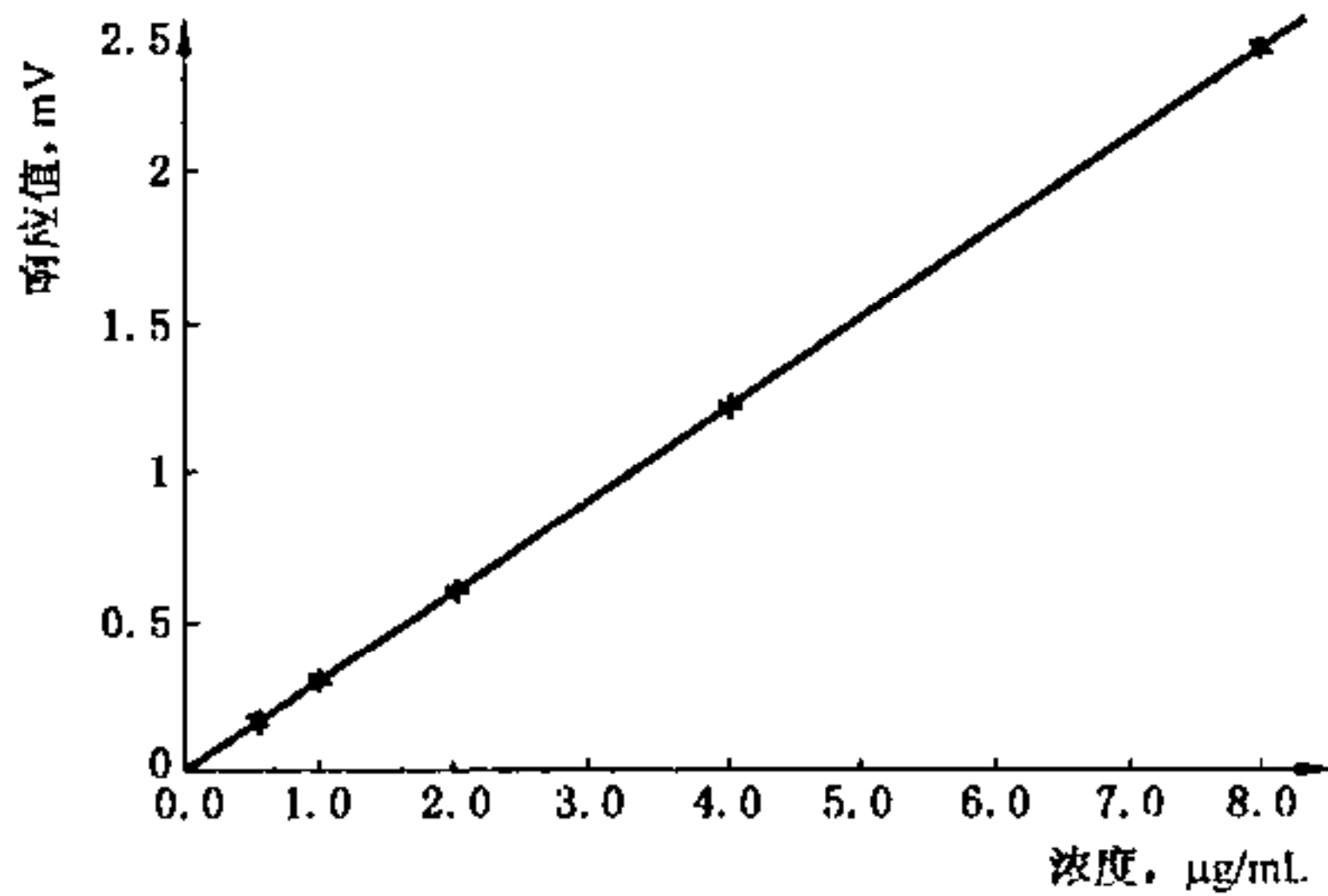


图 1 氟磺胺草醚标准曲线

5.2.4 色谱分析:取 10 μL 试样溶液注入液相色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰高,用保留时间确定氟磺胺草醚,根据峰高,从标准曲线上查出氟磺胺草醚含量。

5.2.5 色谱图:氟磺胺草醚标准色谱图见图 2。

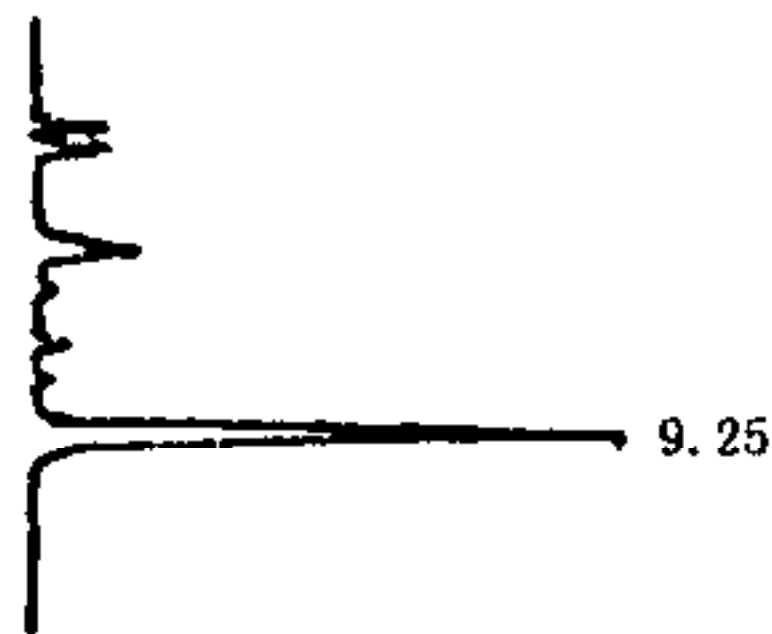


图 2 氟磺胺草醚标准色谱图

6 结果计算

试样中氟磺胺草醚的含量按下式计算：

$$c = \frac{c_1 \times V_0}{m \times \frac{V_1}{V_2}}$$

式中：

c ——试样中氟磺胺草醚的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c_1 ——试样提取液中氟磺胺草醚的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V_0 ——净化液定容体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——量取过滤溶液体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——提取溶液体积，单位为毫升(mL)；

m ——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%。
