

前 言

稳杀得、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、大豆中稳杀得、精稳杀得最大残留量均为 0.5 mg/kg。本标准是与之配套的测定方法。

本标准于 1998 年 4 月 20 日首次发布。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由哈尔滨医科大学负责起草。

本标准主要起草人:崔鸿斌、赵秀娟、陈炳卿、孙志涌、吴坤。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院负责解释。

中华人民共和国国家标准

食品中稳杀得、精稳杀得 残留量的测定

GB/T 17328—1998

Analysis method of fluazifop-butyl
and its acid in food

1 范围

本标准规定了食品中稳杀得和精稳杀得的残留量分析测定方法。由于稳杀得和精稳杀得施用后在环境或植物体内会降解为稳杀得酸,所以本标准亦规定了稳杀得酸的测定方法。

本标准适用于甜菜田、大豆田一次喷洒化学除草剂稳杀得和精稳杀得收获后的甜菜、大豆样品。

2 原理

样品经过提取、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 五氟苄基溴。
- 3.6 无水硫酸钠:分析纯。
- 3.7 液溴。
- 3.8 碳酸钠:分析纯。
- 3.9 大豆油。
- 3.10 氟罗里硅土。

4 仪器

- 4.1 GC-9A 气相色谱仪(附⁶³Ni 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 μL 微量进样器。
- 4.7 电动振荡器。

5 分析步骤

5.1 稳杀得的前处理溴化衍生、净化

5.1.1 甜菜样品的处理

称取 20 g 甜菜样品放入匀浆器内,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 大豆样品的处理

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 2% 硫酸钠溶液,80 mL 石油醚萃取,分层后弃去水相,再以 2% 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℃ 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 2% 硫酸钠溶液,150 mL 2% 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℃ 活化 3 h,130℃ 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 稳杀得酸的前处理,提取、衍生化、净化

5.2.1 甜菜样的前处理

称取 20 g 甜菜样品切碎、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 2% 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℃ 下浓缩至干。

5.2.2 大豆样品的前处理,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,浸渍样品过夜后,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 2% 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℃ 下浓缩至干。

5.2.3 衍生、净化、定容

加入 5 mL 5% 五氟苄基溴、1 mL 吡啶,密塞并于 80℃ 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 2% 硫酸钠溶液萃取,弃去水相,再以 80 mL 2% 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℃ 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℃ 活化 3 h,130℃ 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×2.1 m
担体	Chromsorb W HP (100~120 目)
固定相	3%×E-60
柱温	245℃
检测温度	295℃
N_2 流速	60.0 mL/min

灵敏度	10×
纸速	2.5 mm/min
进样量	1 μ L

5.3.2 气相色谱分析

配制稳杀得、稳杀得酸系列标准溶液,标准使用液浓度为 1 μ g/mL,进样 1 μ L,2 μ L,3 μ L,4 μ L,5 μ L,绘制标准曲线。同时取样品溶液进样 1 μ L,测得峰高,由标准曲线查得相应的含量。

5.3.3 最小检出量 0.001 ng。
