

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.177—2003

大米中敌稗残留量的测定

Determination of propanil residues in rice

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。

本标准由南京农业大学、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人：季玉玲、刘运明、陈齐斌、孙美玲、张莹。

引 言

敌稗(propanil),化学名称 N-(3,4-二氯苯基)丙酰胺,属低毒除草剂,在我国水稻上已获得登记。

我国已制定大米中敌稗的残留限量标准,规定敌稗在大米中的残留限量为 2 mg/kg。本标准提供了检测大米中敌稗残留量的配套测定方法。

大米中敌稗残留量的测定

1 范围

本标准规定了大米中敌稗残留量的测定方法。

本标准适用于大米中敌稗残留量的测定。

本方法检出限为 0.002 ng,当取 10.0 g 大米时,方法最低检测浓度为 4×10^{-4} mg/kg。

线性范围:0.01 ng~8.0 ng。

2 原理

试样中敌稗用丙酮提取,经液-液分配和弗罗里硅土净化,用带电子捕获检测器的气相色谱仪测定。采用外标法定性定量。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 石油醚:沸程 60℃~90℃,重蒸馏。

3.3 正己烷+乙醚=1+1 混合液。

3.4 无水硫酸钠:650℃灼烧 4h,贮于密闭容器中备用。

3.5 氯化钠溶液:30 g/L。

3.6 弗罗里硅土:在 650℃下灼烧 2 h,加 2%水混匀,存放于干燥器中。有效保存期 4 天。4 天后使用需在 130℃下烘 2 h。

3.7 玻璃棉:用 1 mol/L 硫酸溶液浸泡 8 h,然后用水洗成中性,烘干。再用 1 mol/L 氢氧化钠溶液浸泡 8 h,洗成中性,烘干。剪成 1 cm 长度备用。

3.8 敌稗标准溶液:准确称取敌稗标准品(propanil,纯度 $\geq 99\%$),用苯配成 2.00 mg/mL 的标准储备液,保存于冰箱中。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪:配电子捕获检测器(ECD)。

4.2 小型粉碎机。

4.3 电动振荡器。

4.4 旋转蒸发仪。

4.5 玻璃层析柱:15 cm \times 1.2 cm(i. d.)。

5 分析步骤

5.1 提取

称取 10.0 g 经粉碎过 40 目筛的大米试样于 250 mL 具塞三角瓶中,加入 40 mL 丙酮,塞上瓶塞,在振荡器上振荡 40 min,用定性滤纸过滤于 125 mL 分液漏斗中,滤渣用 20 mL 丙酮按上法再提取一次,过滤于上述分液漏斗中。