

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.175—2003

粮食和蔬菜中 2,4-滴残留量的测定

Determination of 2,4-D in grains and vegetables

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。

本标准负责起草单位：北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人：赵立文、张莹、康君行、杨永红。

引 言

2,4-滴(2,4-D)是苯氧乙酸类激素型选择性除草剂和植物生长调节剂,化学名称为2,4-二氯苯氧乙酸(2,4-Dichlorophenoxyacetic acid),按我国农药毒性分级标准,属低毒农药。在我国蔬菜和粮食上已获得登记。

我国已制定蔬菜中2,4-滴的残留限量为0.2 mg/kg,粮食中的残留限量为0.5 mg/kg。本标准提供了测定蔬菜和粮食中2,4-滴残留量的配套方法。

粮食和蔬菜中 2,4-滴残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食和蔬菜中 2,4-滴残留量的测定方法。

本标准适用于粮食和蔬菜中 2,4-滴残留量的测定。

本方法检出限:蔬菜试样,0.008 mg/kg;原粮试样,0.013 mg/kg;线性范围:0.01 ng~10 ng。

2 原理

试样中 2,4-滴用有机溶剂提取,用三氟化硼丁醇溶液将 2,4-滴衍生成 2,4-滴丁酯,液-液萃取、柱层析净化除去干扰物质,以气相色谱电子捕获检测器测定。依据色谱峰保留时间定性,外标法峰面积定量。

3 试剂

- 3.1 甲醇。
- 3.2 乙醚。
- 3.3 石油醚:沸程 30℃~60℃,重蒸馏。
- 3.4 异辛烷。
- 3.5 丙酮。
- 3.6 pH2 酸性水溶液:用稀硫酸调制。
- 3.7 50 g/L 氯化钠溶液。
- 3.8 无水硫酸钠,650℃灼烧 4 h,置于干燥器中保存。
- 3.9 洗脱液:石油醚+丙酮(95+5)。
- 3.10 衍生剂:14%三氟化硼丁醇溶液。
- 3.11 2,4-滴标准溶液:将 2,4-滴(2,4-D,纯度 99.9%)用甲醇配制成 1.00 mg/mL 溶液。

4 仪器与设备

- 4.1 气相色谱仪:具电子捕获检测器。
- 4.2 组织捣碎机。
- 4.3 G3 砂芯漏斗。
- 4.4 净化柱:PT-硅镁吸附剂色谱预处理小柱,内填 0.4 g 60 目~80 目的硅镁吸附剂。使用前分别用 5 mL 丙酮和石油醚预淋洗。
- 4.5 顶空分析用 20 mL 玻璃瓶,配套的铝盖和密封垫。

5 分析步骤

5.1 提取

蔬菜:称取试样 50 g(精确至 0.001 g),加 100 mL 乙醚、50 mL pH2 的酸性水溶液在组织捣碎机中粉碎 5 min,制成匀浆。用 G3 漏斗抽滤,滤渣用 50 mL 乙醚洗涤数次,将滤液移入 150 mL 分液漏斗中,静置分层,弃掉水层,乙醚层经无水硫酸钠脱水后,加入 1 mL 异辛烷,吹氮气挥至近干。用 5 mL 甲