

ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.221—2008

---

## 粮谷中敌草快残留量的测定

Determination of the residues of diquat in cereals

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中华人民共和国烟台出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李立、隋涛、张化海、王洪来、王洪兵、储晓刚。

## 粮谷中敌草快残留量的测定

### 1 范围

本标准规定了粮谷中敌草快残留量的测定方法。

本标准适用于玉米、大麦中敌草快残留量的测定。

本标准的检出限为 0.005 mg/kg,线性范围为 0.001 mg/L~0.100 mg/L。

### 2 原理

根据敌草快的溶解性及稳定性,用 95%乙醇提取敌草快,与硼氢化钠反应后,用三氯甲烷萃取,除去三氯甲烷,以正己烷定容,气相色谱-质谱检测器测定,外标法定量,采用选择离子检测进行确证和定量。

### 3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂应为分析纯(有机溶剂需重蒸馏),水为一级水(电导率<sub>25℃</sub> ≤ 0.01 mS/m)。

- 3.1 正己烷(C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>)。
- 3.2 三氯甲烷(CHCl<sub>3</sub>)。
- 3.3 硼氢化钠(NaBH<sub>4</sub>)。
- 3.4 盐酸溶液:2 mol/L。
- 3.5 氢氧化钠溶液:5 mol/L。
- 3.6 无水硫酸钠(Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>):经 650 °C 灼烧 4 h 后置于干燥器中。
- 3.7 95%乙醇溶液。
- 3.8 敌草快二溴盐标准品:纯度 ≥ 99%,CAS 为 6385-62-2。
- 3.9 敌草快标准溶液:准确称取适量敌草快二溴盐标准品,精确至 0.000 1 g,以 1 mL 水溶解后用 95%乙醇溶液配制成浓度为 100 μg/mL 的标准储备液,根据需要再配成适用浓度的标准工作溶液,保存于 4 °C 冰箱中,可使用 90 d。

### 4 仪器

- 4.1 气相色谱-质谱联用仪:配(EI 源)。
- 4.2 旋转蒸发器。
- 4.3 涡旋混合器。
- 4.4 平底烧瓶:100 mL。
- 4.5 平底烧瓶:50 mL。
- 4.6 分液漏斗:125 mL。
- 4.7 高速分散均质机。

### 5 分析步骤

#### 5.1 提取净化

称取磨碎混匀(过 2.0 mm 圆孔筛)试样 5 g(精确至 0.01 g)于 100 mL 平底烧瓶中,加入 30 mL 95%乙醇溶液,均质 3 min。加入 50 mg 硼氢化钠,振荡 40 min 后加入 4 mL 盐酸(2 mol/L)溶液,以 5 mL 95%乙醇溶液冲洗烧瓶并抽滤两次。合并滤液于 35 °C 水浴旋转蒸发除去乙醇,残留水层移入