

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.113—2003
代替 GB/T 14929.7—1994

大米中杀虫环残留量的测定

Determination of thiocyclam 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

本标准代替 GB/T 14929.7—1994《大米中杀虫环残留量测定方法》。

本标准与 GB/T 14929.7—1994 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《大米中杀虫环残留量的测定》；
- 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：浙江省医学科学院。

本标准主要起草人：蒋世熙、夏虹。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

大米中杀虫环残留量的测定

1 范围

本标准规定了气相色谱法测定大米中杀虫环的含量。

本标准适用于大米中杀虫环的残留量测定。

本标准检出限为 4.7×10^{-9} g。

2 原理

大米试样在酸性条件下,杀虫环经甲醇提取后,通过液-液分配纯化后再转至甲醇中,用备有电子捕获检测器的气相色谱仪测定,与标准比较定量。

3 试剂

3.1 甲醇:在本色谱条件下应无杂质峰,否则应重蒸至合格。

3.2 二氯甲烷:取一定量的二氯甲烷,用其体积一半的水振摇洗涤 5 或 6 次(最后一次必须待分层清楚后,放出二氯甲烷层,应避免将水带入,以免加浓硫酸时爆沸产生危险!),再用其 5% 体积的浓硫酸振摇洗涤,直至硫酸不变色。然后用 50 g/L 氢氧化钠溶液洗涤至中性,蒸馏水洗 2 或 3 次,再经无水硫酸钠脱水干燥,通过全玻璃装置重蒸馏,取其 $39^{\circ}\text{C} \sim 41^{\circ}\text{C}$ 馏分,经检验不含杂质峰。

3.3 碳酸氢钠。

3.4 无水硫酸钠:用前于 105°C 烘 2 h,备用。

3.5 助滤剂:celite545。

3.6 硫酸。

3.7 盐酸:5 mol/L。

3.8 50 g/L 氢氧化钠溶液。

3.9 10 g/L 草酸-甲醇溶液。

3.10 固定相:5%OV-225Chromosorb W(AW-DMCS)。

3.11 杀虫环标准溶液:用甲醇将杀虫环标准品配制成 $2.0 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的使用液。

4 仪器

4.1 气相色谱仪(具备 ^{63}Ni 放射源的电子捕获检测器)。

4.2 小型电动粉碎机。

4.3 旋转蒸发器。

4.4 往复式电动振荡器。

4.5 60 mL 分液漏斗。

5 分析步骤

5.1 提取:将大米粉碎过 40 目筛,称取 40 g,放入 250 mL 具塞三角烧瓶中,加甲醇 100 mL 和 5 mol/L 盐酸 1.0 mL,于振荡器上振荡 1 h 后,通过盛有少量 celite545 的滤纸过滤。收集 50 mL 滤液转入 250 mL 圆底烧瓶中,旋转蒸发器于 50°C 水浴中浓缩至 2 mL~3 mL 左右。

5.2 纯化:将残留液转至 60 mL 分液漏斗中,分别用蒸馏水和二氯甲烷 20 mL 分两次洗涤蒸馏瓶。洗液合并到分液漏斗中,然后用 pH 试纸检查水层 pH 值应为 1 左右。