

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.115—2003
代替 GB/T 14929.9—1994

稻谷中三环唑残留量的测定

Determination of tricyclazole residues in rice

2003-08-11 发布

2004-01-01 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

本标准代替 GB/T 14929.9—1994《稻谷中三环唑残留量测定方法》。

本标准与 GB/T 14929.9—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《稻谷中三环唑残留量的测定》；
- 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、浙江省农业厅、中国水稻研究所。

本标准主要起草人：汪再娟、陆贻通、梁天锡。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

稻谷中三环唑残留量的测定

1 范围

本标准规定了稻谷中三环唑的残留量测定。

本标准适用于稻谷中三环唑的残留量测定。

本标准检出限为 10 ng。

2 原理

三环唑经有机溶剂提取,纯化后用带有火焰光度检测器的气相色谱仪测定,与标准比较定量。

3 仪器

- 3.1 带有火焰光度检测器的气相色谱仪。
- 3.2 小型电动粉碎机。
- 3.3 旋转蒸发器。
- 3.4 250 mL 索氏抽提器。
- 3.5 500 W 电热套。
- 3.6 全玻璃蒸馏装置。
- 3.7 玻璃层析柱:1.5 cm(内径)×25 cm。
- 3.8 小型电动出糙机。

4 试剂

- 4.1 乙酸乙酯(重蒸)。
- 4.2 二氯甲烷(重蒸)。
- 4.3 甲醇(重蒸)。
- 4.4 丙酮(重蒸)。
- 4.5 中性氧化铝 100 目~200 目(430℃活化 6 h,用前于 130℃烘 4 h,加 8%水脱活)。
- 4.6 无水硫酸钠(150℃烘 4 h)。
- 4.7 99.8%三环唑(tricyclazole)标准品。

5 分析步骤

5.1 提取和纯化

5.1.1 试样(米 25 g,稻壳 12.5 g)分别用滤纸包装放入索氏抽提器,加 100 mL 乙酸乙酯浸泡过夜后,抽提 6 h,提取液经无水硫酸钠转入浓缩瓶,旋转浓缩近干。

5.1.2 纯化

柱层析:从下至上分别装入玻璃纤维少许,2 cm 无水硫酸钠,10 g 中性氧化铝,2 cm 无水硫酸钠。先用 25 mL 二氯甲烷预淋,然后用 25 mL 二氯甲烷转移浓缩液,再加 20 mL、20 mL 二氯甲烷淋洗,弃去洗脱液,最后加 60 mL 二氯甲烷-甲醇(99+1)淋洗、接收淋洗液、浓缩、旋转蒸发近干,用丙酮洗出,浓缩(氮气吹)定容至 3 mL~5 mL,待测。

5.2 色谱条件

5.2.1 色谱柱:4 mm(外径)×1 m 玻璃柱,内装涂渍 1%PEG 的 Chromosorb W HP 80 目~100 目担体。