

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.130—2003
代替 GB/T 16337—1996

大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定

Determination of fomesafen residues in soybeans and cereals

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 16337—1996《大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定》。

本标准按 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：北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所、北京市食品工业研究所。

本标准主要起草人：孙淳、吴国华、张莹、方从容、王天丽。

原标准于 1996 年首次发布，本次为第一次修订。

大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定

1 范围

本标准规定了大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定。

本方法的检出限为 0.02 mg/kg;线性范围为 5 ng~320 ng。

2 原理

试样中氟磺胺草醚在酸性条件下用有机溶剂提取,经液-液分配及硅镁吸附柱净化除去干扰物质后,以高效液相色谱-紫外检测器测定,根据色谱峰的保留时间定性,外标法峰高定量。

3 试剂

3.1 甲醇(色谱纯)。

3.2 乙醚:重蒸馏。

3.3 三氯甲烷。

3.4 净化柱:硅镁吸附剂色谱预处理小柱,使用前先用 5 mL 三氯甲烷淋洗。

3.5 盐酸(83 mL/L):吸取 8.3 mL 浓盐酸,加水稀释至 100 mL。

3.6 氢氧化钠溶液(4.0 g/L):称取 0.4 g 氢氧化钠,溶于水中,稀释至 100 mL。

3.7 硫酸钠溶液(20 g/L):称取 20 g 硫酸钠,溶于水中,稀释至 1 000 mL,用氢氧化钠溶液(3.6)调 pH=11。

3.8 丙酮溶液:取 980 mL 丙酮(重蒸馏),加 20 mL 盐酸。

3.9 甲醇+三氯甲烷(3+7)。

3.10 高效液相色谱流动相(甲醇+0.01 mol/L 乙酸钠=60+40, pH3.2):称取 0.544 g 结晶乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,稀释至 400 mL,加 600 mL 甲醇(3.1),混匀,用磷酸(优级纯)调 pH=3.2,经 0.5 μm 滤膜过滤,超声波脱气。流速 1.0 mL/min。

3.11 氟磺胺草醚标准储备溶液:准确称取氟磺胺草醚(fomesafen,纯度 98%)0.1000 g,置于 100.0 mL 容量瓶中。加甲醇(3.1)溶解后定容至刻度;此溶液 1.00 mL 含 1.00 mg 氟磺胺草醚。

3.12 氟磺胺草醚标准使用液:吸取 5.0 mL 氟磺胺草醚标准储备溶液(3.11)于 50.0 mL 容量瓶中。加甲醇(3.1)定容至刻度;此溶液 1.00 mL 含 100.0 μg 氟磺胺草醚。可稳定一周。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪(带紫外检测器)

4.2 振荡器。

4.3 电热恒温水锅。

4.4 具塞三角瓶:250 mL。

4.5 过滤器具:玻璃砂芯漏斗(G_3 , 100 mL),抽滤瓶(100 mL)。

4.6 分液漏斗:250 mL。

4.7 玻璃注射器:10 mL。