



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.172—2003

大豆、花生、豆油、花生油中的 氟乐灵残留量的测定

Determination of trifluralin residues in
soybean, peanut, soybean oil, peanut oil

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

前 言

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、卢秀静。

引 言

氟乐灵(Trifluralin),又名特福力、氟特力、茄科宁。属低毒除草剂。

我国已制定大豆、花生、豆油、花生油中氟乐灵的残留限量标准,规定氟乐灵在大豆、花生、豆油、花生油中的残留限量为 0.05 mg/kg。本标准适用于使用过氟乐灵制剂的大豆、花生及其豆油、花生油中的氟乐灵残留量分析。

大豆、花生、豆油、花生油中 氟乐灵残留量的测定

1 范围

本标准规定了大豆、花生、豆油、花生油中氟乐灵残留量的测定方法。

本标准适用于大豆、花生、豆油、花生油中氟乐灵残留量的测定。

本方法的检出限为 0.001 ng。线性范围:0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2 原理

试样中氟乐灵用甲醇或丙酮提取后,经液-液分配和弗罗里硅土柱净化后,用具电子捕获检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。

3 试剂

3.1 甲醇:全玻璃蒸馏器重蒸。

3.2 丙酮:全玻璃蒸馏器重蒸。

3.3 石油醚:取 1 000 mL 石油醚(60℃~90℃)加 1 g 氢氧化钠和 1 g 沸石,回流 7 h~8 h 后冷却过夜,全玻璃蒸馏器蒸馏。

3.4 无水硫酸钠:取 50 g 无水硫酸钠用经处理过的石油醚 50 mL 振摇过滤,再加 25 mL 石油醚振摇过滤。自然风干后 350℃烘 4 h,干燥器中冷却备用。

3.5 硫酸钠溶液:50 g/L。

3.6 弗罗里硅土:层析用(60目~120目),于 650℃灼烧 8 h,干燥器冷却后加 5%(质量分数)蒸馏水振摇均匀,平衡过夜待用。

3.7 脱脂棉:将脱脂棉放入索氏提取器中,加丙酮-石油醚(4+96)溶剂,于水浴上回流 4 h,抽干后让其自行挥发至干。

3.8 活性炭:取 100 g 粉状活性炭用 6 mol/L 盐酸调成浆状,煮沸 1 h 后抽滤,用蒸馏水洗至无氯离子,120℃烘干备用。

3.9 氟乐灵标准溶液用石油醚将氟乐灵标准品(Trifluralin 含量 \geq 99.5%)配制成 1.00 mg/mL 的标准储备液,临用前用石油醚稀释成 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:具电子捕获检测器(ECD, Ni^{63})。

4.2 电动粉碎机。

4.3 电动振荡器。

4.4 离心机:3 000 r/min。

4.5 全玻璃蒸馏装置。

4.6 旋转蒸发器。

4.7 层析柱:内径 1.5 cm,长 25 cm 玻璃层析柱。

4.8 具塞三角烧瓶:250 mL。

4.9 分液漏斗:125 mL、250 mL。

5 分析步骤

5.1 试样的制备

称取大豆、花生试样各 1.0 kg,按四分法对角取样各 100 g 用电动粉碎机粉碎,通过 40 目筛备用,大豆油、花生油用原样。

5.2 提取

5.2.1 大豆、花生

取大豆或花生样 10.0 g,置于 250 mL 具塞三角烧瓶中,加甲醇 100 mL 浸渍过夜。次日于振荡器上振荡 30 min,过滤后滤液离心 10 min。吸取滤液 20 mL 于 250 mL 分液漏斗中,加 100 mL 硫酸钠溶液混匀。加 50 mL 石油醚振荡萃取 2 min,静置分层后将下层水溶液放入另一分液漏斗中,再加 50 mL 石油醚萃取一次。合并石油醚层通过盛有 2 g~3 g 无水硫酸钠的漏斗脱水于 250 mL 圆底烧瓶中,在 50℃ 水浴上旋转蒸发浓缩至 5 mL 左右待净化。

5.2.2 豆油、花生油

称取大豆油或花生油 5.0 g,用 50 mL 丙酮溶解并转入 125 mL 分液漏斗中,加水 10 mL 振荡 1 min。静置分层后,将油层分离至另一分液漏斗中,加丙酮 50 mL 和水 10 mL 重复提取一次。弃去油层,合并丙酮水溶液(如乳化严重离心分去油滴),吸取 24 mL 于 250 mL 分液漏斗中,加 100 mL 硫酸钠溶液混匀。以下按 5.2.1 自“加 50 mL 石油醚振荡萃取 2 min……”依法操作。

5.3 净化

将层析柱用少许脱脂棉垫底后,加 1 cm 高的无水硫酸钠,将 6 g 弗罗里硅土和石油醚混合湿法装入柱内,加 0.1 g 活性炭,再加 1 cm 高的无水硫酸钠,加 50 mL 石油醚预淋洗后弃之。将提取液转移至柱内,打开柱下端活塞用 250 mL 圆底烧瓶收集流出液,当柱内液面降至上端无水硫酸钠层后,用 100 mL 石油醚以 2 mL/min~3 mL/min 的速度淋洗。将淋洗液于 50℃ 旋转蒸发至 1.0 mL 左右,转移至 2.0 mL 容量瓶并用石油醚分次洗涤烧瓶后定容。

5.4 色谱参考条件

色谱柱:内径 3 mm,长 2 m 玻璃柱,内填 4.5%DC-200+2.5%OV-17 混合固定液的 80 目~100 目 Chromosorb W AW-DMCS 固定相;

柱温:190℃;

进样口温度:250℃;

检测器温度:250℃;

载气:氮(≥99.999%),流速 60 mL/min。

5.5 测定

将标准工作液用石油醚稀释成 0.00、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10 μg/mL 氟乐灵的标准系列,分别取 1.0 μL 进样。每个浓度重复 3 次,记录保留时间。将峰高或峰面积均值对氟乐灵的含量求出直线回归方程式。同时取净化后的试样液 1.0 μL 注入色谱仪,将得到的峰高或峰面积均值代入方程式,求出试样中氟乐灵的含量。在上述色谱条件下,氟乐灵的保留时间为 2 min 48 s。

5.6 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{c \times V \times 5}{m}$$

式中:

X——试样中氟乐灵的残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c——样液中氟乐灵的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

5——试样稀释因子。

计算结果保留两位有效数字。

6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

7 色谱图

色谱图见图1。



图1 氟乐灵标准色谱图