

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.219—2008

粮谷中矮壮素残留量的测定

Determination of the residues of chlorcholine chloride 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
粮谷中矮壮素残留量的测定

GB/T 5009.219—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-36071

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

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：中国检验检疫科学研究院、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、王洪来、孙军、王洪兵、储晓刚。

粮谷中矮壮素残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮谷中矮壮素残留量的测定方法。

本标准适用于玉米、荞麦中矮壮素残留量的测定。

本标准对玉米、荞麦中矮壮素残留的检出限为 0.01 mg/kg, 线性范围为 0.005 mg/L ~ 1.00 mg/L。

2 原理

根据矮壮素的溶解性用甲醇提取试样, 提取液经氧化铝柱净化, 与苯硫钠反应生成衍生物后, 用配有质量选择检测器的气相色谱仪(GC-MSD)测定, 外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明, 所有试剂均为分析纯, 水为一级水(电导率_{25℃} ≤ 0.01 mS/m)。

3.1 无水硫酸钠(Na_2SO_4): 于 650 °C 灼烧 4 h, 冷却后贮于干燥器中备用。

3.2 中性氧化铝(Al_2O_3): 650 °C 灼烧 4 h, 贮于密封容器中, 使用前在 130 °C 下烘 2 h, 贮于干燥器内冷却备用。

3.3 苯硫钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{SNa}$)。

3.4 甲醇(CH_3OH)。

3.5 2-丁酮($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$)。

3.6 6 mg/mL 苯硫钠的 2-丁酮溶液: 称取 0.6 g 苯硫钠于具塞三角瓶中, 加入 100 mL 经无水硫酸钠脱水的 2-丁酮。

3.7 矮壮素($\text{C}_5\text{H}_{13}\text{NCl}_2$)标准品: 纯度 > 98.0%, CAS 为 999-81-5。

3.8 矮壮素标准溶液: 准确称取适量的矮壮素标准品, 精确至 0.000 1 g, 用甲醇配制成浓度为 100 mg/L 的标准储备液, 根据需要再用甲醇稀释成适当浓度的标准溶液, 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: 配有电子轰击离子源(EI 源)。

4.2 超声波提取器。

4.3 中性氧化铝柱: 12.5 cm × 1.5 cm(内径), 具砂芯, 柱内装 3 cm 高的中性氧化铝。

4.4 离心管: 5 mL, 具磨口塞。

4.5 旋转蒸发器。

5 分析步骤

5.1 提取

称取粉碎并通过 2.0 mm 圆孔筛的试样 20 g(精确至 0.01 g)于 250 mL 具塞锥形瓶中, 加入 60 mL 甲醇, 于超声波提取器上提取 20 min, 提取液经 2 g 无水硫酸钠过滤。分别 2 次用 20 mL 甲醇洗具塞锥