

ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.220—2008

---

## 粮谷中敌菌灵残留量的测定

Determination of the residues of anilazine 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

## 前 言

本标准参考了《日本食品中农药残留限量及检验方法》和 AOAC 988.04《农药制剂中的敌菌灵》，本标准与上述方法的一致性程度为非等效。

本标准附录 A、附录 B 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、曹鹏、张化海、王洪兵、储晓刚。

# 粮谷中敌菌灵残留量的测定

## 1 范围

本标准规定了粮谷中敌菌灵残留量的测定方法。

本标准适用于玉米、大米中敌菌灵残留量的测定。

本标准在玉米、大米中检出限为 0.002 mg/kg,线性范围为 0.010 mg/L~0.200 mg/L。

## 第一法 气相色谱法

## 2 原理

根据敌菌灵的溶解性用乙腈提取试样,提取液经二氯甲烷反提取,旋转蒸干后以正己烷溶解,用配有电子俘获检测器的气相色谱仪(GC-ECD)测定,外标法定量。

## 3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均应为分析纯,水为一级水(电导率<sub>25℃</sub>≤0.01 mS/m)。

3.1 乙腈(CH<sub>3</sub>CN)。

3.2 二氯甲烷(CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)。

3.3 正己烷(C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>)。

3.4 饱和氯化钠溶液。

3.5 无水硫酸钠(Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>):于 650℃灼烧 4 h,冷却后贮于干燥器中备用。

3.6 敌菌灵标准品(C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>Cl<sub>3</sub>O):纯度≥99%。

3.7 敌菌灵标准溶液:准确称取适量的敌菌灵标准品,精确至 0.000 1 g,用少量丙酮溶解,用正己烷定容成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液,再根据需要用正己烷稀释成适当的不同浓度的标准工作溶液,保存于 4℃冰箱中,可使用 90 d。

## 4 仪器

4.1 气相色谱仪:配有电子捕获检测器(ECD)。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 振荡器。

4.4 分液漏斗:500 mL。

## 5 分析步骤

### 5.1 提取净化

称取粉碎并通过 2.0 mm 圆孔筛的试样 10 g(精确至 0.1 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 70 mL 乙腈,在振荡器上振荡 30 min,过滤,分别用 20 mL、15 mL 乙腈清洗锥形瓶,过滤。合并滤液至装有 300 mL 水及 25 mL 饱和氯化钠溶液的 500 mL 分液漏斗中,用二氯甲烷提取 3 次(每次用量 40 mL),合并二氯甲烷溶液,过装有 2 g 无水硫酸钠的玻璃柱,收集流出液,于 30℃旋转蒸发至干,用正己烷溶解残渣并定容至 1.0 mL,此溶液供气相色谱测定。