

ICS 67.050

B20

团 标 准

T/ NAIA XXX—2025

柑橘中 2,4-二氯苯氧乙酸的测定 气相色谱法

Determination of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid in citrus fruits by GC

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发 布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》规定编写。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监督管理总局重点实验室（枸杞及葡萄酒质量安全））、宁夏职业技术学院、宁夏回族自治区畜牧工作站、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：张瑶、高琳、郭阳、王泽岚、刘继辉、张赫宇、蒋秋斐、朱燕燕、王琛、李强、刘竟泽、吴明、吕毅、马桂娟、张小飞。

本文件于 2025 年 XX 月 XX 日首次发布。

柑橘中 2,4-二氯苯氧乙酸的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了柑橘中 2,4-二氯苯氧乙酸含量的气相色谱法。

本文件适用于柑橘中 2,4-二氯苯氧乙酸含量测定和确证。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

柑橘中的 2,4-二氯苯氧乙酸经有机溶剂提取，经净化、浓缩后，用三氟化硼-丁醇溶液衍生后，用气相色谱-电子捕获检测器（ECD）检测，外标法定量。

5 试剂和材料

本方法所用的试剂，除另有规定外，均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈：色谱纯。

5.1.2 三氟化硼-丁醇溶液 ($\text{BF}_3\cdot\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$)：14%（体积分数）。

5.1.3 无水硫酸镁 (MgSO_4)：分析纯。

5.1.4 氯化钠 (NaCl)：分析纯。

5.1.5 正己烷 (C_6H_{14})：色谱纯。

5.1.6 N-丙基乙二胺 (PSA) 粉末:粒径 $40\mu\text{m}\sim60\mu\text{m}$ 。

5.1.7 十八烷基硅烷键合硅胶 (C_{18})： $40\mu\text{m}\sim60\mu\text{m}$ 。

5.2 标准品

2,4-二氯苯氧乙酸(94-75-7)，纯度大于 99.0%。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备液 (1.0mg/mL)：准确称取 2,4-二氯苯氧乙酸（5.2）标准品 10mg（准确至 0.1mg ），用正己烷（5.1.5）溶解并定容至 10.0mL，于-18°C避光保存，有效期 3 个月。

5.3.2 标准中间液 (10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：分别准确吸取标准储备液（5.3.1）1.0mL，用正己烷（5.1.5）溶解并定容至 100.0mL，于-18°C避光保存，有效期 1 个月。

5.3.3 标准工作溶液：分别准确吸取标准中间液（5.3.2）适量，用初始流动相配制成浓度为 $0.01\mu\text{g}/\text{mL}$ ~ $0.5\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液，取标准溶液 5.0mL 同样品进行衍生上机测定。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱仪：**配电子捕获检测器。
- 6.2 分析天平：**感量 0.1mg 和 0.01g。
- 6.3 涡旋混合器。**
- 6.4 离心机：**最大转速 9000r/min。
- 6.5 恒温水浴锅：**25°C~100°C。
- 6.6 有机微孔滤膜，孔径 0.22μm，或相当者。**

7 分析步骤

7.1 试样制备

从所取全部样品中取有代表性样品 500 g，将其可食用部分切碎后，用组织捣碎机将样品加工成浆状。混匀，装入洁净的盛样容器内，密封并标明标记。在制样的操作过程中，应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

7.2 测定步骤

称取 10g 试样（精确至 0.01g）于 50mL 离心管中，加入 10mL 乙腈，4g 无水硫酸镁，1g 氯化钠，涡旋振荡 3min，5000r/min 离心 5min。取上清液转移至含 150mg PSA、50mg C18 的 15mL 塑料离心管中，混匀 1min，3000r/min 离心。取全部上清液于 40°C 氮吹至近干（约 0.5mL 残留），加入 3mL 14% 三氟化硼-丁醇溶液，65°C 水浴衍生化 50min。转移反应液至 50mL 具塞离心管，加入 5mL 正己烷和 10mL 饱和氯化钠溶液，涡旋离心后取有机相过无水硫酸钠脱水，重复提取一次，合并有机相，氮吹浓缩定容至 5mL，过 0.22μm 有机膜后进气相色谱仪进行分析。

7.3 仪器参考条件

- a) 色谱柱：5%苯基-甲基聚硅氧烷毛细管柱：30m×0.25mm×0.25μm，或性能相当者。
- b) 进样口温度：260°C；
- c) 进样方式：不分流；
- d) 流速：1.0mL/min；
- e) 检测器温度：300°C；
- f) 气相色谱升温条件见表 1。

表 1 气相色谱程序升温条件

	速率 (°C/min)	温度 (°C)	保持时间 (min)
(初始温度)	-	90	1
阶升(1)	20	240	0
阶升(2)	40	280	3

7.4 色谱测定与确证

根据样品中被测 2,4-二氯苯氧乙酸的含量, 选定峰面积相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中 2,4-二氯苯氧乙酸的响应值均应在仪器的线性范围内。标准工作溶液和样液等体积穿插进样测定。在上述色谱条件下。标准品的色谱图参见附录 A。

7.5 平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行测定。

7.6 空白试验

除不加试样外, 均按上述步骤进行。

8 分析结果的表述

试样中 2,4-二氯苯氧乙酸的含量按式 (1) 进行计算:

$$X = \frac{c \times V \times 1000}{m \times 1000} \quad (1)$$

式中:

X ——试样中 2,4-二氯苯氧乙酸的残留含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

c ——由标准曲线计算出的试样溶液浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样的最后定容体积, 单位为毫升 (mL);

m ——试样质量, 单位为克 (g)。

注: 计算结果须扣除空白值, 测定结果用平行测定的算术平均值表示, 保留两位有效数字。

9 精密度

在重复性测定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%。

10 其他

本方法中 2,4-二氯苯氧乙酸的定量限为 0.005mg/kg。

附录 A
(资料性附录)

2,4-二氯苯氧乙酸标准溶液色谱图

