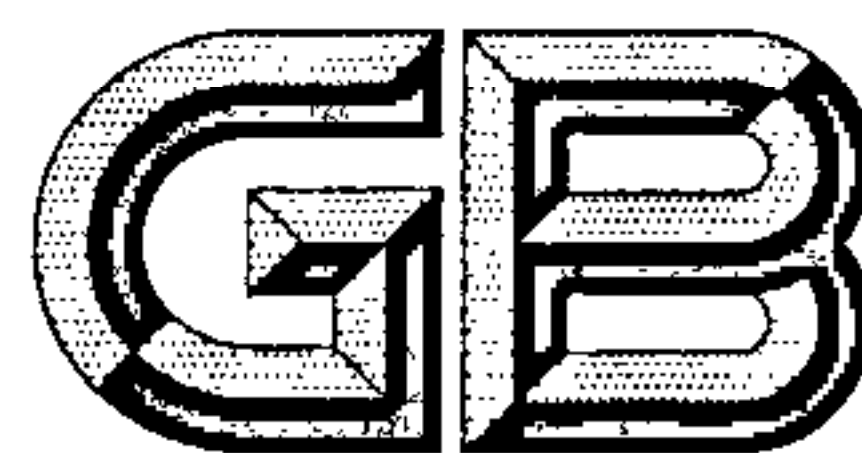


ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.174—2003

---

## 花生、大豆中异丙甲草胺残留量的测定

Determination of metolachlor residues in  
peanut and soybean

2003-08-11 发布

2004-01-01 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

429

## 前 言

异丙甲草胺(metolachlor),又名甲氧毒草胺,商品名称都尔(Dual)。异丙甲草胺是旱地作物的选择性除草剂,属于低毒除草剂。该药已在我国花生、大豆作物上获得登记,已经制定出最大残留量标准,规定花生 $\leq 0.5$  mg/kg,大豆 $\leq 0.5$  mg/kg。本标准提供了检测花生、大豆中异丙甲草胺残留量配套的方法。

# 花生、大豆中异丙甲草胺残留量的测定

## 1 范围

本标准规定了花生、大豆中异丙甲草胺残留量的测定方法。

本标准适用于花生、大豆中异丙甲草胺残留量的测定。

本方法检出限:0.016 ng;线性范围:0.05 ng~5.0 ng。

## 2 原理

样品中的异丙甲草胺经有机溶剂提取、净化,用附有电子捕获检测器的气相色谱仪测定,采用保留时间定性,与标准系列比较定量。

## 3 试剂

3.1 正己烷,重蒸馏。

3.2 乙醚。

3.3 甲醇+水(80+20)。

3.4 200 g/L 氯化钠水溶液。

3.5 无水硫酸钠:650℃灼烧4 h,贮于密闭容器中备用。

3.6 预处理小柱:PT-硅镁吸附剂型。硅镁吸附剂型小柱依次用4 mL 正己烷、4 mL 正己烷-乙醚(2+1)、2 mL 正己烷淋洗。

3.7 异丙甲草胺标准贮备液:称取异丙甲草胺(metolachlor,纯度>97%),0.1000 g,精确到0.0001 g,置于100 mL容量瓶中,用正己烷溶解并定容至刻度,得到1 mg/mL的标准贮备液。

3.8 异丙甲草胺标准使用液:取贮备液(3.7)5.0 mL用正己烷定容至100 mL,浓度50 μg/mL。

## 4 仪器

4.1 气相色谱仪:具有电子捕获检测器。

4.2 超声波清洗器。

4.3 电动离心机:3 000 r/min。

4.4 K-D浓缩接受器。

4.5 50 mL离心管。

4.6 125 mL分液漏斗。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

称取经捣碎试样5.00 g,精确至0.01 g,置于50 mL离心管中,加20 mL 甲醇+水(80+20),放入超声波清洗器中提取20 min,在离心机上离心10 min(3 000 r/min),将上清液移入125 mL分液漏斗中,在残渣中依次加入10 mL、10 mL 甲醇+水(80+20),各提取20 min,合并甲醇+水溶液于125 mL分液漏斗中,加5 mL 200 g/L 氯化钠水溶液,加10 mL 正己烷,振摇1 min,注意放气,静止分层后,将下层溶液转移至另一个分液漏斗中,再加入10 mL 正己烷,萃取,合并萃取液,经无水硫酸钠脱水后,于25 mL容量瓶中定容。

### 5.2 样品的净化

取2 mL提取液(5.1)过预处理小柱,用10 mL 正己烷洗脱,5 mL 正己烷+乙醚(2+1)洗脱,收集两种洗脱液于K-D浓缩器收集器中,氮气吹干,正己烷定容至1.0 mL,备用。

5.3 气相色谱参考条件

5.3.1 色谱柱:SE-30 交联毛细管柱 25m×0.53 mm×0.25 μm。

5.3.5 载气(N<sub>2</sub>)流速:分流比 30 : 1 尾吹 50 mL/ min。

5.4 测定

标准使用液配成浓度分别为 0.05、0.10、0.50、1.00、2.00、4.00、5.00 μg/mL 系列。各取 1 μL 进行气相色谱分析,记录峰面积(或峰高)。

取试样净化液(5.2)1 μL 进行气相色谱分析,记录峰面积(或峰高)。

6 结果计算

按下式计算:

$$\rho = \frac{\rho_1 V \times 1\,000}{m \times \frac{V_1}{V_2} \times 1\,000}$$

式中:

ρ——食品中异丙甲草胺含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ<sub>1</sub>——标准曲线上计算出异丙甲草胺浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——提取液体积,单位为毫升(mL);

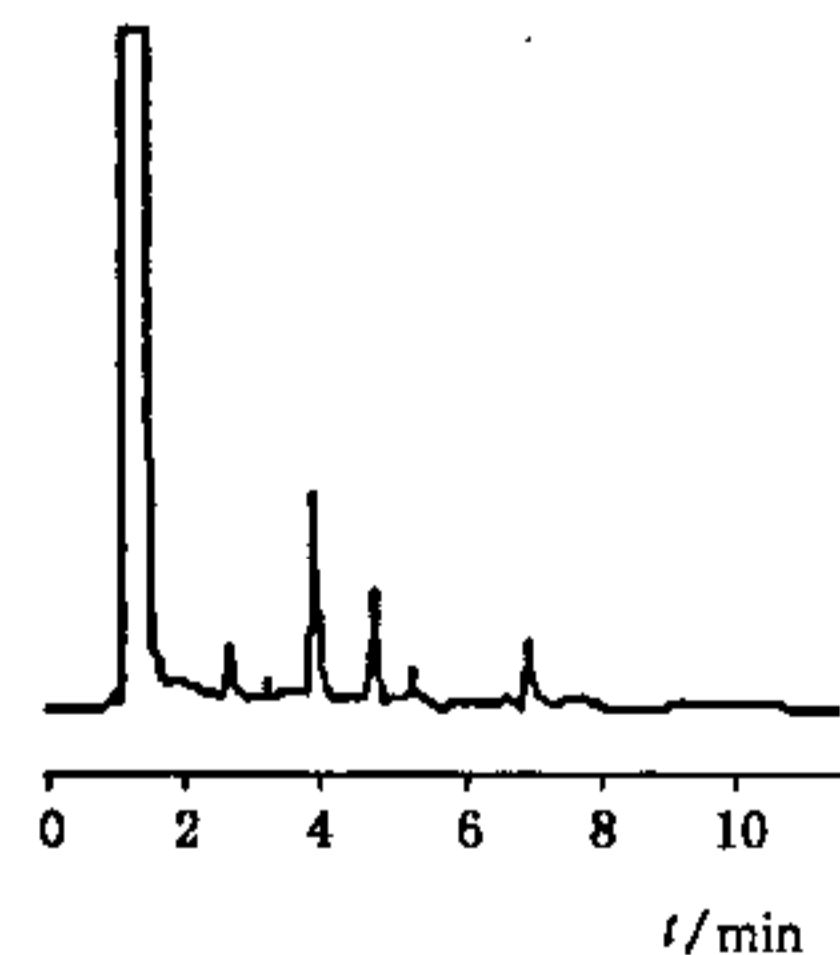
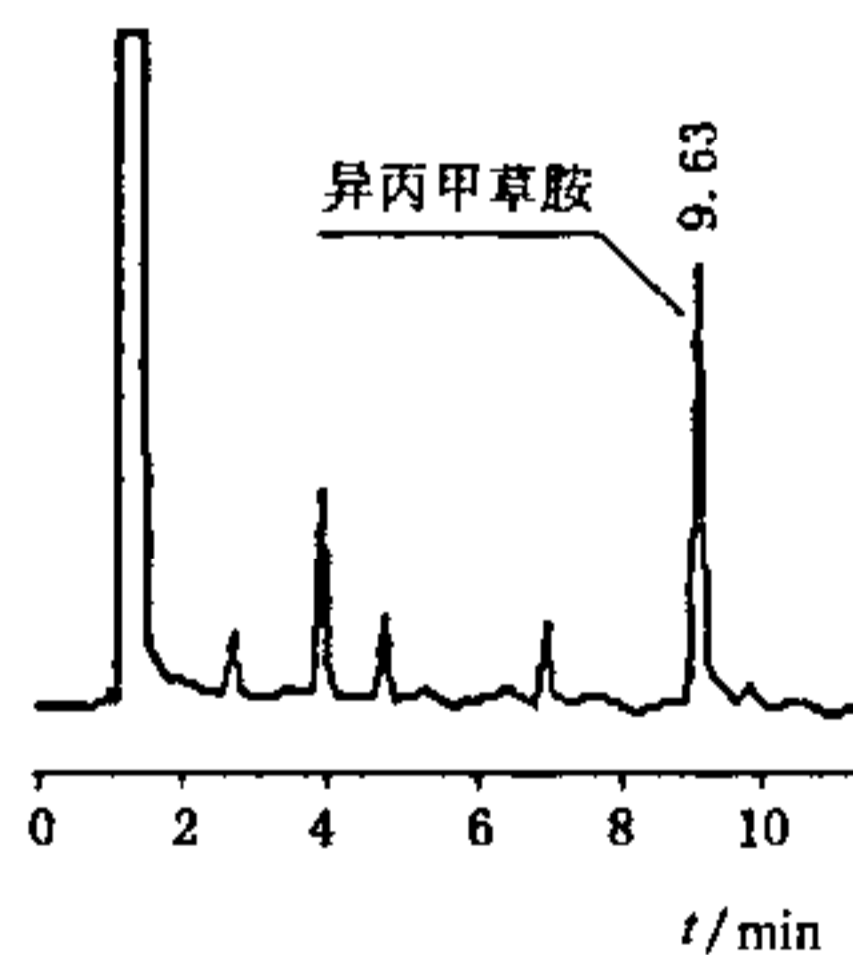
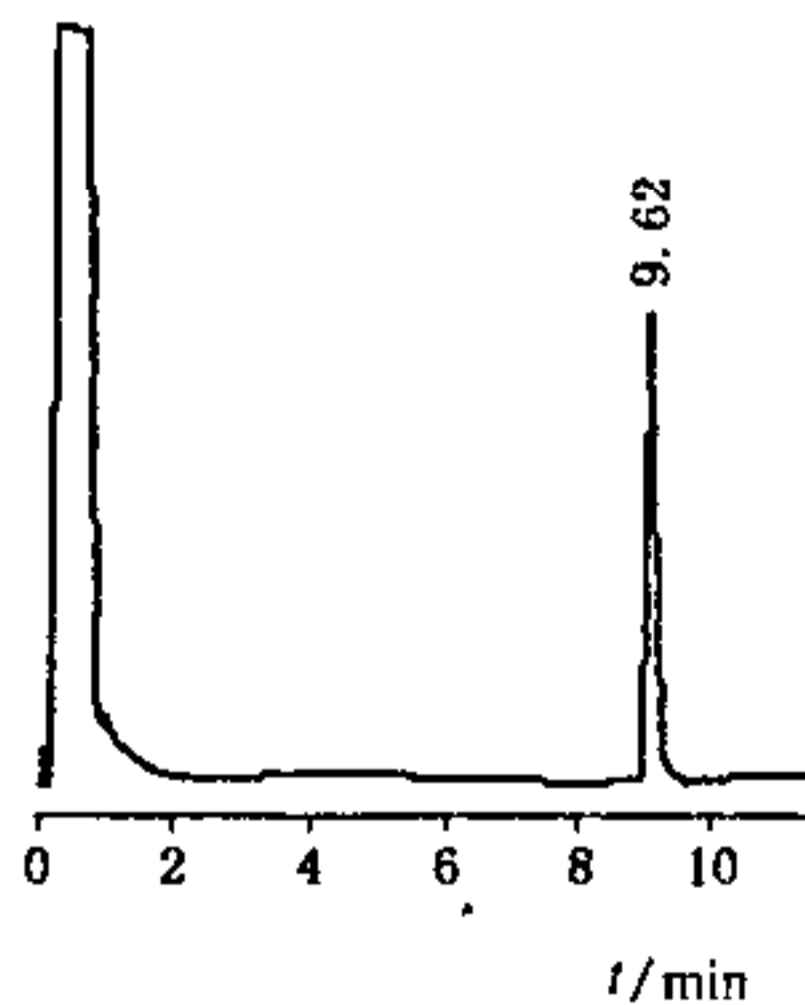
V<sub>1</sub>——提取液上预处理小柱的体积,单位为毫升(mL);

V<sub>2</sub>——净化后样品定容体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

见图 1、图 2、图 3。



气相色谱参考条件:色谱柱:SE-30 交联毛细管柱 25 m×0.53 mm×0.25 μm。  
 气化室温度:230℃。检测器温度:260℃。柱箱温度:175℃。  
 载气(N<sub>2</sub>)流速:分流比 30 : 1 尾吹 50 mL/min

图 1 异丙甲草胺色谱图

图 2 花生加标样品色谱图

图 3 花生空白样品色谱图