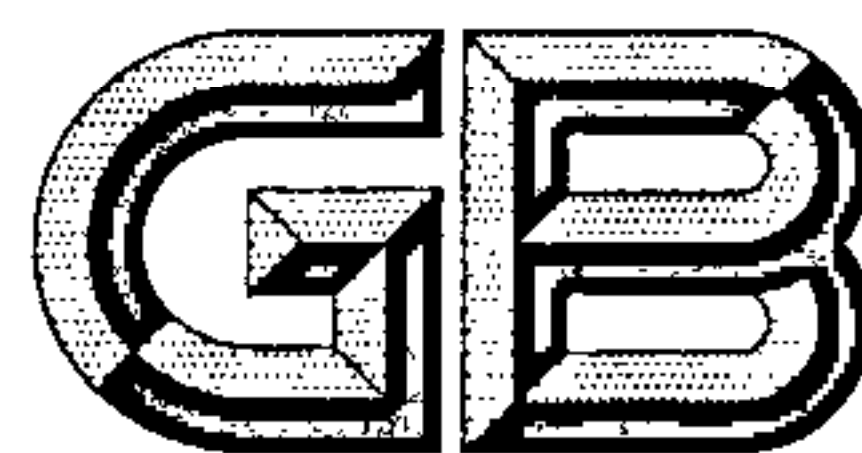


ICS 67.040  
C 53



# 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%),0.100 0 g,精确到0.000 1 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。
- 5.3.2 气化室温度:230℃。
- 5.3.3 检测器温度:260℃。
- 5.3.4 柱箱温度:175℃。
- 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:

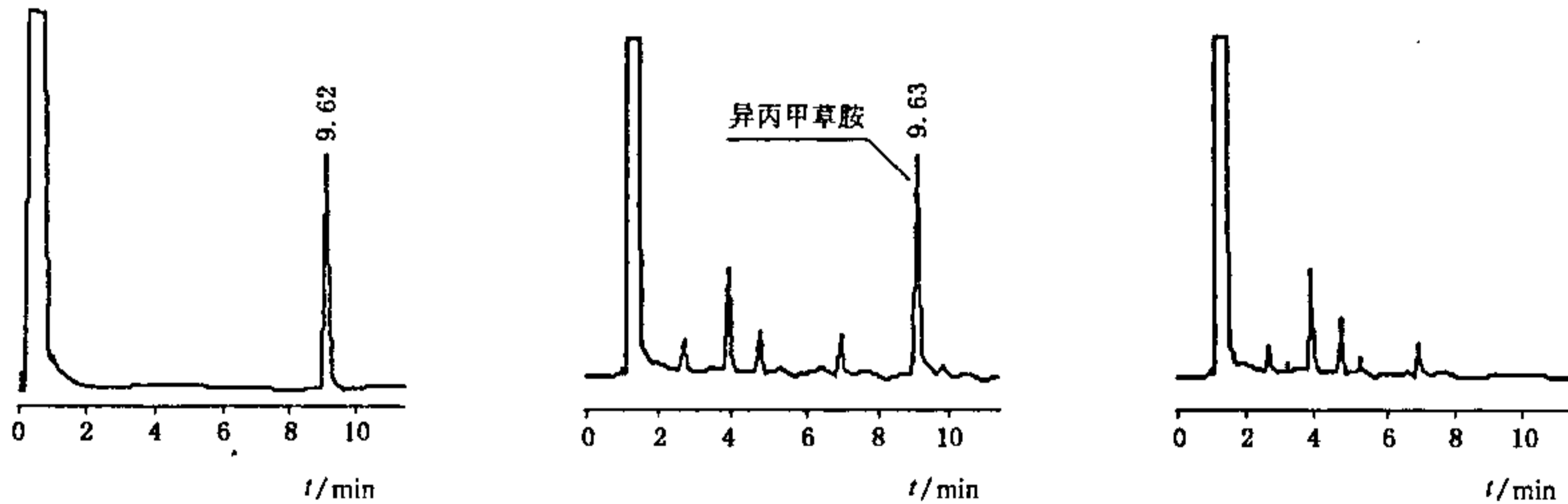
- ρ——食品中异丙甲草胺含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
  - ρ<sub>1</sub>——标准曲线上计算出异丙甲草胺浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
  - V——提取液体积,单位为毫升(mL);
  - V<sub>1</sub>——提取液上预处理小柱的体积,单位为毫升(mL);
  - V<sub>2</sub>——净化后样品定容体积,单位为毫升(mL);
  - m——试样质量,单位为克(g)。
- 计算结果保留两位有效数字。

7 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%。

8 气相色谱参考图

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