

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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 ≤ 0.5 mg/kg,大豆 ≤ 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。