

# 大豆中异丙甲草胺残留量分析方法研究<sup>\*</sup>

张 浩 刘伊玲 徐 威

(吉林农业大学农商学院, 长春 130118)

## 摘 要

本文用带氚钨源检测器气相色谱分析了异丙甲草胺残留量测定方法<sup>[1-3]</sup>, 和国外同类方法相比, 所需试剂种类少, 操作简便, 平均回收率 89.0~90.0%, 最低检测浓度 0.01mg/kg

**关键词** 异丙甲草胺; 农药残留; 气相色谱分析

本文用甲醇水溶液提取, 用正己烷萃取、浓缩、过碱性氧化铝柱, 淋洗液用正己烷: 乙醚 (2: 1) 减压浓缩, 带氚钨源电子捕获检测器的气相色谱进行分析异丙甲草胺残留量测定方法, 回收率为 89.0%~90.0%, 最小检出量  $1.06 \times 10^{-10}$  g, 最低检出浓度 0.01mg/kg

## 实验方法

### 1 试剂

甲醇、正己烷、乙醚、天水乙醇均为分析纯; 氯化钠试剂纯; 碱性氧化铝, 助滤剂 Celite545 进口分装

标准品: 99.6% 异丙甲草胺纯品 (瑞士汽巴—嘉基公司提供)

### 2 仪器

气相色谱仪 SP-501 型, 谷物粉碎机, 振荡机, 旋转蒸发器, 层析柱 (20×1.5cm)。

### 3 分析步骤

#### 3.1 样品制备与提取

将大豆籽粒, 加少许干冰置谷物粉碎机中磨成粉状, 待干冰挥发后, 称取豆粉 50g, 置三角瓶中, 加入 100ml 80% 甲醇水溶液, 在振荡机上振摇 2 小时, 用铺有 1cm 厚 Celite545 的布氏漏斗进行过滤, 用 60ml 80% 甲醇水液分两次冲洗残

\* 收稿日期 1997-6-6

This paper was received on June 6, 1997.

渣,滤液置于 1000ml 分液漏斗中,加入 300ml 重蒸馏水及 20ml 饱和食盐水,用正己烷进行萃取,每次 100ml,共萃取 3 次,合并正己烷,经脱脂棉过滤后,置旋转蒸发器中,40℃ 减压蒸发至干,残渣溶于 2ml 正己烷中,以备净化。

### 3.2 样品的净化

用柱层析进行净化,在长 20cm,内径 1.5cm 的玻璃层析柱内,加入碱性氧化铝(活性为 V 级)高度为 7cm,用 10ml 正己烷淋湿,加入浓缩样品,用 2~3ml 正己烷洗涤蒸馏瓶后,一并加入层析柱中,用 100ml 正己烷淋洗后弃去,再用正己烷:乙醚(2:1) 100ml 进行淋洗,收集淋洗液,置旋转蒸发器中,在 40℃ 减压浓缩至干,用 2~5ml 正己烷:乙醇(1:1)定容,供气谱测定。

### 3.3 样品分析

#### 3.3.1 色谱条件

检测器: SP-501 型电子捕获检测器带氦钨源。

色谱柱: 玻璃柱,长 1.5m,内径 3mm。

固定液及担体: 102 酸洗白色担体(60~80 目),涂以 3% OV-17。

载气: 高纯氮 60~70ml/min。

柱温: 225℃,汽化室及检测室均为 260℃。

纸速: 5mm/min。

灵敏度:  $10^3 \times 1/4$ 。

保留时间: 1分 2秒。

在上述色谱条件下色谱仪最小检出量为  $1.06 \times 10^{-10}$  g,如称样重 50g,经提取,净化等一系列前处理措施后,定容 5ml,进样 1 $\mu$ l,最小检出浓度为 0.01mg/kg。

#### 3.3.2 标准曲线

用外标法定量,根据几个已知标准溶液浓度,得出相应峰高如表 1。以峰高对进样量在双对数坐标纸上作图,得出标准曲线(图 1),进样量在  $5 \times 10^{-10} \sim 5$

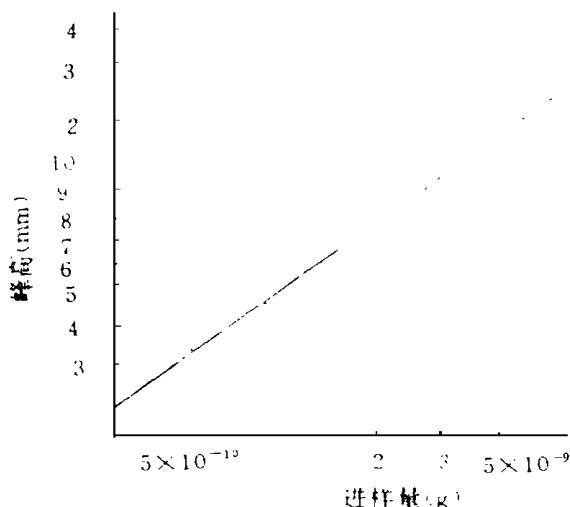


图 1 异丙甲草胺标准曲线

× 10<sup>-9</sup> g范围内,峰高与进样量呈线性关系

表 1 异丙甲草胺标准溶液浓度与峰高关系

标准溶液浓度 (g)	5.5× 10 <sup>-10</sup>	1× 10 <sup>-9</sup>	2× 10 <sup>-9</sup>	4× 10 <sup>-9</sup>	5× 10 <sup>-9</sup>
峰高 (mm)	23	36	57	77	85

表 2 大豆中添加异丙甲草胺回收率\*

残留水平 (mg /kg)	添加量 (μg)	平均回收量 (μg)	平均回收率 (%)	变异系数
0.1	5.02	4.520	90.0%	0.98
0.01	0.5	0.445	89.0%	1.61

结果与讨论

1 方法的准确度和精密度

取 6 份样品,各添加二个浓度水平,添加回收率结果如表 2,平均回收率 89.0%~ 90.0%,变异系数 0.98~ 1.61%。

2 异丙甲草胺标准及残留量图谱

如图 2

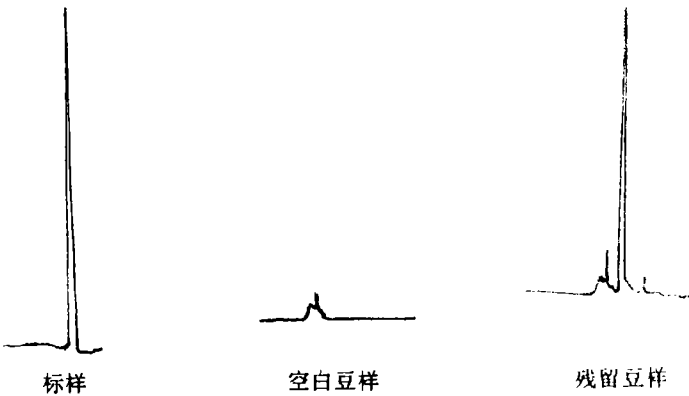


图 2 异丙甲草胺在大豆中残留的气相色谱图

3 小结

本文报道异丙甲草胺残留量分析方法与国外同类方法相比,所需试剂种类少,提取净化步骤简单,具有操作简便、易于推广特点,并已应用田间试验,其方法的准确度和精确度均得到满意分析结果。

## 参 考 文 献

- [1] Clba- Geigy, 1973. CGA24705 Gas chromatographic Residue Detemination in Plant Materi-  
al, Grain and Soil
- [2] Klasse A. A. , 1984, Chromatographic Determination of Dual in Water, Soil and Plants. A-  
grokhimiya № 8 122~ 123
- [3] Odrigawitch, F. M. Hons. et al. , 1981. Adsorption, Desorption and Mobility of Metolachlor  
in Soil. Weed Science Vol. 29(3) 332~ 336

**STUDY ON RESIDUAL ANALYSIS METHOD  
OF METOLACHLORE IN SOYBEAN**

Zhang Hao   Liu Yiling   Xu Wei

( *Agricultural University Jilin* , *Changchun* 130118)

Abstract

The residual analysis method of metolachlore in soybean was determined by Gas chromatography. Solven were used less. It operated more simply than foreign methods. The Averige recovery rates were 89. 0% ~ 90% . The lowest detection limit of the soybean was 0. 01mg /kg.

**Key words**   Metolachlore;   Herbcide residual;   Analysis of Gas chromatogra-  
phy