

戊菌隆检测方法

1. 分析目标化合物

戊菌隆

2. 仪器设备

带紫外分光光度检测器的高效液相色谱仪。

3. 试剂

使用附录2所列试剂。

4. 标准品

戊菌隆：含戊菌隆99%以上，熔点为130℃~132℃。

5. 试验溶液的制备

a 提取方法

① 谷类

将样品粉碎，过420 μm的标准网筛后，称取其10.0g，加入20mL水，放置2小时。

加入100mL丙酮，搅拌3分钟后，用涂布1cm厚硅藻土的滤纸，抽滤于磨口减压浓缩器中。取出滤纸上的残留物，加入50mL丙酮，搅拌3分钟后，按上述同样操作，合并滤液于减压浓缩器中，40℃以下浓缩至约30mL。

将其移入预先装入100mL 10%氯化钠溶液的300mL分液漏斗中。用100mL乙酸乙酯洗涤上述减压浓缩器的茄型瓶，合并洗液于上述分液漏斗中。用振荡器激烈振荡5分钟后，静置，乙酸乙酯层移入300mL三角瓶中。水层中加入50mL乙酸乙酯，按上述同样操作，合并乙酸乙酯层于上述三角瓶中。加入适量无水硫酸钠，不时振摇、混合，放置15分钟后，滤入减压浓缩器中。再用20mL乙酸乙酯洗涤三角瓶，以此洗液洗涤滤纸上的残留物，重复操作两次，合并两洗液于减压浓缩器中，40℃以下除去乙酸乙酯。

残留物中加入30mL正己烷，移入100mL分液漏斗中。加入30mL正己烷饱和乙腈，激烈振荡5分钟后，静置，乙腈层移入磨口减压浓缩器中。正己烷层中加入30mL正己烷饱和乙腈，按上述同样操作，重复二次，合并乙腈层于减压浓缩器中，40℃以下除去乙腈。残留物中加入5mL正己烷溶解。

② 蔬菜

准确称取约1 kg样品，必要时定量加入适量水，搅碎混合均匀后，称取相当于20.0g样品的量。

加入100mL丙酮，搅拌3分钟，用涂布1cm厚硅藻土的滤纸，抽滤于磨口减压浓缩器中。取出滤纸上的残留物，加入50mL丙酮，搅拌3分钟后，按上述同样操作，合并滤液于减压浓缩器中，40℃以下浓缩至约30mL。

将其移入预先注入100mL 10%氯化钠溶液的300mL分液漏斗中。用100mL乙酸乙酯洗涤上述减压浓缩器的茄型瓶，合并洗液于上述分液漏斗中。用振荡器激烈振荡5分钟后，静置，乙酸乙酯层移入300mL三角瓶中。水层中加入50mL乙酸乙酯，按上述同样操作，合并乙酸乙酯层于上述三角瓶中。加入适量无水硫酸钠，不时振摇、混合，放置15分钟后，滤入磨口减压浓缩器中。再用20mL乙酸乙酯洗涤三角瓶，以此洗液洗涤滤纸上的残留物，重复操作两次，合并两洗液于减压浓缩器中，40℃以下除去乙酸乙酯，残留物中加入5mL正己烷溶解。

b 净化方法

在内径15mm、长300mm色谱管中注入10g悬浮在丙酮：正己烷（5：95）混合溶液中的柱色谱用合成硅酸镁，其上面再装入约5g无水硫酸钠，放出丙酮：正己烷（5：95）混合溶液至柱上端留有少量丙酮：正己烷（5：95）混合溶液。柱中注入a 提取方法所取的溶液后，注入50mL丙酮：正己烷（5：95）混合溶液，弃去流出液。再注入80mL丙酮：正己烷（15：85）混合溶液，收集流出液于磨口减压浓缩器中，40℃以下除去溶剂。残留物中加入甲醇溶解，准确至5mL，此为试验溶液。

6、操作方法。

a 定性试验

按下列操作条件进行试验，试验结果应与标准品的一致。

操作条件

柱填充剂：十八烷基甲硅烷基化硅胶（粒径5 μ m）。

柱：内径4.0~5.0mm、长150~250mm不锈钢管。

柱温：50℃

检测器：波长235~245nm。

流动相：甲醇：水（70：30）混合溶液。调整流速使戊菌隆约18分钟流出。

b 定量试验

根据与a 定性试验相同试验条件所得的试验结果，峰高法或峰面积法定量。

7. 定量限

0.1mg/kg。

8. 注意事项

无

9. 参考文献

无

10. 类型

A