

日本厚生劳动省

# 食品中 农用化学品残留 检测方法

国家质量监督检验检疫总局食品安全局 编译  
中国检验检疫科学研究院

Methods for  
Determination of  
Agricultural Chemical  
Residues in Foods



 中国标准出版社

日本厚生劳动省

# 食品中农用化学品残留 检测方法

国家质量监督检验检疫总局食品安全局  
中国检验检疫科学研究院

编译

中国标准出版社

**图书在版编目(CIP)数据**

日本厚生劳动省食品中农用化学品残留检测方法/  
国家质量监督检验检疫总局食品安全局,中国检验检疫  
科学研究院编译. —北京:中国标准出版社,2006  
ISBN 7-5066-4080-5

I. 食… II. ①国…②中… III. 食品-农药残留  
-残留量测定 IV. TS207.5

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 030914 号

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码:100045

网址 [www.bzcbs.com](http://www.bzcbs.com)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 32.75 字数 917 千字

2006 年 5 月第一版 2006 年 5 月第一次印刷

\*

定价 75.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

## 编 译 委 员 会

主 任：李元平 王大宁

副主任：唐英章 唐光江 唐丹舟

主 编：王大宁

副主编：唐英章 姜宗亮 陶武盛 赵国庆

编 委：温志海 田克智 占春瑞 汤志旭 唐英章 唐光江  
唐丹舟 廖燕燕 祝建新 易 名 卜延刚 王 健  
林卫文 牟 峻 王建华 王凤池 沈崇钰 鲍晓霞  
林安清 王志元 蓝 芳 梁希扬 卫 峰 徐宝梁  
李晓娟 彭 涛 聂雪梅 代汉慧 李淑娟 储晓刚  
孙 立 凌 云 陈志峰 孔 莹 雍 炜 李 军  
殷建强 武德银 慕 海 耿会立 韩 璐 刘忠英  
谢柳青 国 伟 杨 强 陈冬东 罗 祎 李建中  
安 娟 蔡慧霞 李 刚

校 审：田克智 温志海 占春瑞 汤志旭

## 序 言

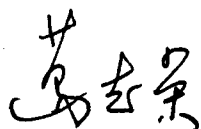
随着全球经济一体化的不断发展,我国与世界经济的相互联系和影响日益加深,与世界各国的贸易保持着稳定快速增长。作为世界食品、农产品生产和消费大国,近年来,我国具有国际化竞争优势的食品、农产品国际贸易日益扩大,特别是由于产品结构互补、运输保鲜便利,日本成为我国食品、农产品出口第一大市场,占我国食品、农产品出口总额的三分之一左右。

2006年5月29日,日本将开始实施食品中农用化学品(农药、兽药及饲料添加剂等)残留“肯定列表制度”,大幅度提高该国食品与农产品进口的准入门槛。这无疑给我国食品、农产品出口带来了严峻考验,也是对我国分析检测技术的新考验。国家质量监督检验检疫总局对此高度重视,为了积极主动应对日本“肯定列表制度”,减少其对我国食品、农产品出口带来的影响,多次组织系统内外的专家制定应对措施。

为此,国家质量监督检验检疫总局组织专家将日本提供的《食品中残留农药、饲料添加剂及兽药检测方法》进行编译并正式出版。该书对日本厚生劳动省提供的日本国内现行的正式检测方法进行了系统编译,可为我国负责食品、农产品出口的监管、检验部门提供技术上的服务,为我国食品、农产品出口企业提供技术上的指导。

衷心希望该书的出版,有助于我国更好地应对日本的“肯定列表制度”,并能够进一步推动食品安全检测技术的研究,在保护消费者利益和促进我国食品进出口贸易方面发挥积极的作用。

国家质量监督检验检疫总局副局长



2006年4月

## 前 言

近年来,由于日本在进口农产品中频繁发现农兽药残留超标现象,在日本国内,也发现了违法使用未登记农药的情况,使日本的食物安全受到了一定的威胁。在上述情况下,日本于2002年成立了食物安全委员会,以加强和协调相关机构对食物安全的管理。日本厚生劳动省于2002年修订了其原有的《食物卫生法》,并通过了食物卫生法修正案。2003年5月,日本厚生劳动省根据食物卫生法修正案,提出了与现行制度有着本质区别的农产品中农用化学品(农药、兽药及饲料添加剂等)残留“肯定列表制度”,并执行新的残留限量标准,与日本现行标准相比,新标准对农产品中农用化学品残留限量的要求更加全面、系统和严格。

为积极应对该制度的实施,尽可能减少“肯定列表制度”给我国对日出口带来的影响,国家质量监督检验检疫总局组织专家编译了本书,旨在为出口日本的食物、农产品企业以及负责食物、农产品出口的监管单位提供参考,也可供企业技术人员和检测人员使用。

全书共分为正文和附录两大部分:正文是根据2005年(平成17年)1月~11月日本厚生劳动省提供的《农产品中残留农药、饲料添加剂及兽药检测方法》编译而成;附录为本书检测方法中所涉及的试剂、样品制备方法、农用化学品(含分析目标化合物)的中日英名称对照表。

本书的编译得到了国家质量监督检验检疫总局有关领导的亲切关怀和大力支持,其他参加编译的单位包括:江西出入境检验检疫局、山东出入境检验检疫局、天津出入境检验检疫局、吉林出入境检验检疫局、河北出入境检验检疫局

等。国家质量监督检验检疫总局葛志荣副局长为本书作序,在此表示衷心的感谢。本书在编译过程中得到中国标准出版社的鼎力支持,在此谨向支持我们的同仁致以诚挚的谢意。

由于时间仓促和水平有限,本书中恐有不当和错误之处,恳请广大读者批评、指正。

编译者  
2006年3月

# 目 录

本书所用术语及注意事项.....	1
2,4,5-T 检测方法.....	2
2,4-D 检测方法.....	5
2-甲-4-氯和麦草畏检测方法.....	8

## A

矮壮素检测方法.....	11
艾克敌检测方法.....	13
艾氏剂、异狄氏剂和狄氏剂检测方法.....	15
奥芬啶唑、苯硫氨酯和苯硫咪唑检测方法.....	18

## B

霸草灵检测方法.....	21
苯并噻二唑检测方法.....	23
苯达松检测方法.....	26
苯丁锡检测方法.....	28
苯硫磷、敌瘟磷、丙线磷、乙嘧硫磷、硫线磷、啶硫磷、毒死蜱、毒虫畏、甲基毒虫畏、乐果、二嗪农、 甲基乙拌磷、特丁磷、三唑磷、甲基立枯磷、对硫磷、甲基对硫磷、吡唑硫磷、甲基嘧啶磷、杀螟硫磷、 丰索磷、倍硫磷、稻丰散、抑草磷、丙虫硫磷、辛硫磷、伏杀硫磷、噻唑磷和马拉硫磷检测方法.....	31
苯酮唑、苯醚甲环唑、环丙唑醇、西草净、噻呋灭、四克利、戊唑醇、三唑醇、咯菌腈、丙环唑、六那唑 和戊菌唑检测方法.....	36
吡虫清检测方法.....	39
吡氟禾草灵检测方法.....	41
吡氟酰草胺检测方法.....	44
吡利霉素检测方法.....	46
吡蚜酮检测方法.....	48
苜草唑检测方法.....	50
苜呋菊酯检测方法.....	52
苜青霉素检测方法.....	54
丙草丹检验方法.....	56
丙炔氟草胺检测方法.....	58

## C

草胺磷检测方法.....	60
草甘膦检测方法.....	64



## 目 录

草净津检测方法 .....	66
---------------	----

### D

哒草特检测方法 .....	68
哒螨灵检测方法 .....	70
达灭净检测方法 .....	73
单克素检测方法 .....	75
氮氨基吡啶检测方法 .....	77
得杀草检测方法 .....	79
敌敌畏和敌百虫检测方法 .....	82
敌菌丹检测方法 .....	85
地克珠利和尼卡巴嗪检测方法 .....	88
调环酸钙盐检测方法 .....	90
丁草特检测方法 .....	92
丁噻脲检测方法 .....	94
丁酰肼检测方法 .....	99
啶斑脒检测方法 .....	102
啶虫丙醚检测方法 .....	104
啶酰菌胺检测方法(农产品) .....	106
啶酰菌胺检测方法(畜产品) .....	109
毒莠定检测方法 .....	113
对苯二甲酸铜检测方法 .....	115

### E

噁唑菌酮检测方法 .....	118
二甲噻菌胺检测方法 .....	120
二氯喹啉酸检测方法 .....	122
二氯异丙醚检测方法 .....	124
二氢链霉素、链霉素、壮观霉素和新霉素检测方法 .....	126

### F

呋草黄检测方法 .....	128
氟苯哒唑检测方法 .....	130
氟丙菊酯、三氟氯氰菊酯、氟氯氰菊酯、氯氰菊酯、溴氰菊酯、四溴菊酯、联苯菊酯、除虫菊酯(I、II)、 氟戊菊酯、氟氰戊菊酯、氟胺氰菊酯和氯菊酯检测方法 .....	132
氟虫清检测方法 .....	136
氟定脲、除虫脲、虫酰肼、氟苯脲、氟虫脲、氟铃脲和氟丙氧脲检测方法 .....	138
氟啶胺检测方法 .....	141
氟硅唑检测方法 .....	143
氟菌酰胺检测方法 .....	145
氟菌唑检测方法 .....	147
氟硫灭检测方法 .....	150
氟唑虫清和甲羧除草醚检测方法 .....	152

福拉比检测方法	155
腐霉利检测方法	158

## G

硅醚菊酯检测方法	160
----------	-----

## H

禾大壮检测方法	162
环丙嘧磺隆检测方法	164
环庚草醚检测方法	166
环酰菌胺检测方法	168
磺胺二甲嘧啶检测方法	170

## J

加普胺检测方法	172
甲草胺、异丙威、亚胺菌、乙霉威、异丁草胺、吡螨胺、多效唑、双苯三唑醇、蚊蝇醚、嘧草醚、 氯苯嘧啶醇、丁草胺、氟酰胺、丙草胺、异丙甲草胺、苯噻草胺、灭锈胺和环草啶检测方法	174
甲草苯隆检测方法	178
甲硫威检测方法	180
角黄素检测方法	182
腈菌唑检测方法	184
腈嘧菌酯检测方法	186

## K

抗倒胺检测方法	189
抗倒酯检测方法	191
克百威检测方法	193
克菌丹、乙酯杀螨醇、百菌清和灭菌丹检测方法	195
喹禾灵检测方法	198
喹啉啉-2-羧酸检测方法	201

## L

莱克多巴胺检测方法	203
联苯肼酯检测方法(农产品)	205
联苯肼酯检测方法(畜产品)	207
磷乙铝(三乙磷酸铝)检测方法	210
六六六、滴滴涕、艾氏剂、三氯杀螨醇、狄氏剂、七氟菊酯、氟乐灵、苜蓿醚及甲氰菊酯检测方法	213
氯恶草啞检测方法	216
氯嘧啶草和禾草灵检测方法	219
氯磺隆和甲磺隆检测方法	221
氯嘧磺隆和苯磺隆检测方法	223
氯氟磺柳胺检测方法	225
螺旋霉素检测方法	227

目 录

落长灵检测方法..... 230

M

咪草啶酸铵检测方法..... 232  
咪酰胺检测方法..... 234  
咪唑磺隆和苄嘧磺隆检测方法..... 236  
咪唑菌酮检测方法(农产品)..... 238  
咪唑菌酮检测方法(畜产品)..... 240  
醚菊酯检测方法..... 243  
噻菌胺检测方法..... 245  
噻菌环胺检测方法..... 248  
噻螨醚检测方法..... 250  
灭螨猛检测方法..... 252  
灭螨蝇检测方法..... 254  
灭蝇胺检测方法(农产品)..... 256  
灭蝇胺检测方法(畜产品)..... 258  
茉莉酸诱导体检测方法..... 260

Q

铅检测方法..... 262  
嗪草酮检测方法..... 264  
氰氟草酯和二甲酚草胺检测方法..... 267  
氰霜唑检测方法..... 269  
庆大霉素检测方法..... 271

S

噻草酮检测方法..... 273  
噻虫胺检测方法(农产品)..... 276  
噻虫胺检测方法(畜产品)..... 279  
噻菌灵和 5-丙基磺酰基-1H-苯并咪唑-2-胺检测方法..... 282  
噻螨酮检测方法..... 284  
三环锡检测方法..... 287  
三环唑检测方法..... 290  
三氯苯咪唑检测方法..... 292  
三唑磷和对硫磷检测方法..... 294  
杀草强检测方法..... 297  
杀草隆检测方法..... 299  
沙拉沙星和达氟沙星检测方法..... 301  
砷检测方法..... 303  
双苯氟脲检测方法..... 305  
双草醚检测方法..... 307  
双胍辛胺检测方法..... 309  
双甲脒检测方法..... 311

## 目 录

霜霉威检测方法	314
霜脲氰检测方法	316
四螨嗪检测方法	318
四唑啉酮检测方法	320
四唑嘧磺隆、氯吡嘧磺隆和嘧啶磺隆检测方法	322

### T

特草定检测方法	324
涕灭威、乙硫甲威、杀线威、甲萘威、抗蚜威、仲丁威和恶虫威检测方法	326
替米考星检测方法	330
甜菜胺检测方法	332
头孢噻吩检测方法	334
头孢噻吩的其他检测方法	336
土霉素、金霉素和四环素检测方法	337
土霉素、金霉素和四环素的筛选法	340

### W

完灭硫磷检测方法	341
戊基噁唑酮检测方法	343
戊菌隆检测方法	345

### X

烯草酮检测方法	347
烯虫酯检测方法	349
烯啶虫胺检测方法	351
烯菌灵检测方法	355
烯酰吗啉检测方法	357
稀禾定检测方法	360
酰胺类杀菌剂检测方法	362
溴检测方法	364

### Y

亚胺唑检测方法	366
杨菌胺检测方法	369
野燕枯检测方法	371
叶枯肽检测方法	373
伊维菌素、依普菌素和莫西丁克检测方法	375
乙虫清检测方法	378
乙螨唑检测方法	380
乙酰甲胺磷和甲胺磷检测方法	382
乙氧苯草胺检测方法	384
乙氧喹啉检测方法	386
异菌脲检测方法	388

## 目 录

异柳磷检测方法	391
抑菌灵检测方法	393
抑死夫、氯苯胺灵、禾草丹、稗草丹和硝草胺检测方法	395
抑芽丹检测方法	397
因灭汀检测方法	401
吲熟酯检测方法	405
茚草酮检测方法	407
右环十四酮酚、 $\alpha$ -群勃龙和 $\beta$ -群勃龙检测方法	409
右环十四酮酚检测方法	411
右环十四酮酚检测方法 气相色谱-质谱法	413

### Z

左旋咪唑检测方法	414
左旋咪唑的其他检测方法	416
唑虫酰胺检测方法	417
唑螨酯检测方法	420
GC/MS 农用化学品同时检测方法(农产品)	422
LC/MS 农用化学品同时检测方法 I (农产品)	435
LC/MS 农用化学品同时检测方法 II (农产品)	441
GC/MS 农用化学品同时检测方法(畜产品、水产品)	446
HPLC 多种兽药同时检测方法 I (畜产品、水产品)	460
HPLC 多种兽药同时检测方法 II (畜产品、水产品)	465
附录 1 试剂	470
附录 2 样品制备方法	475
附录 3 农用化学品(含分析目标化合物)的中日英名称对照表	476
附录 4 农用化学品(含分析目标化合物)的英日中名称对照表	492

# 本书所用术语及注意事项

## 1 术语

### 1.1 分析目标化合物

本书检测方法中所分析的化合物是《食品、添加剂的规格基准》(1959年日本厚生省告示第370号,以下简称“告示”)第1食品 A 食品的一般规格成分 第六款(1)之第一栏所列“农药、饲料添加剂及兽药”(以下简称“农用化学品”)的成分物质(包括这些物质的化学衍生物和化学合成物)及类似物质(如盐类的光学异构体)。

### 1.2 分析值

与“告示”规定的食品中农用化学品成分物质残留的限量(以下简称“基准值”)进行比较的检测值。

### 1.3 种子类

油籽、坚果类、可可豆及咖啡豆等。

### 1.4 测定低限

可以对检测样品中分析目标化合物进行定量的最低量或浓度。对于色谱方法,用大约  $S(\text{峰高})/N(\text{基线噪声})=10$  时的分析目标化合物的量作为农用化学品成分物质的测定低限浓度。

### 1.5 类型

检测方法的来源。

以下为方法来源分类。

A: 公定方法:有关乳及乳制品的成分规格等,按照省令(1951年日本厚生省第52号令)、告示及通知中规定的方法。

B: 各外国政府机构规定的检测方法(A类除外)。

C: 专家研讨会上制定的检测方法。

D: 引用文献中的检测方法(A、B、C类除外)。

## 2 分析中的注意事项

2.1 在使用规定的检测方法以外的方法进行检测时,其准确性、精密度及测定低限等同或高于规定的检测方法,可被认为是具有特异性的检验方法。

2.2 在求分析值时,比基准值多算一位数,然后对多算的一位数进行四舍五入。

## 2,4,5-T 检测方法

### 1 仪器、设备

带电子捕获检测器的气相色谱仪及气相色谱-质谱仪。

### 2 试剂

除下列试剂外,使用附录 1 所列试剂。

乙腈:取 300 mL 乙腈,用磨口减压浓缩器进行浓缩,除去乙腈;残留物中加 5 mL 正己烷溶解,取其 5  $\mu$ L,用带电子捕获器的气相色谱仪进行检测,色谱中除正己烷的峰外,不得出现比  $2 \times 10^{-11}$  g  $\gamma$ -BHC 更高的峰。

丙酮:取 300 mL 丙酮,用磨口减压浓缩器进行浓缩,除去丙酮;残留物中加 5 mL 正己烷溶解,取其 5  $\mu$ L,用带电子捕获器的气相色谱仪进行检测,色谱中除正己烷的峰外,不得出现比  $2 \times 10^{-11}$  g  $\gamma$ -BHC 更高的峰。

乙醚:取 300 mL 乙醚,用磨口减压浓缩器进行浓缩,除去乙醚;残留物中加 5 mL 正己烷溶解,取其 5  $\mu$ L,用带电子捕获器的气相色谱仪进行检测,色谱中除正己烷的峰外,不得出现比  $2 \times 10^{-11}$  g  $\gamma$ -BHC 更高的峰。

氯化钠:特级,如含有对该农用化学品成分物质分析有干扰作用的物质时,用正己烷等溶剂洗涤干净后再用。

色谱用合成硅酸镁:将柱色谱用合成硅酸镁(粒径 150  $\mu$ m~250  $\mu$ m),130 $^{\circ}$ C 加热处理 12 h 以上,放干燥器中冷却。

硅藻土:化学分析用硅藻土。

乙酸乙酯:取 300 mL 乙酸乙酯,用磨口减压浓缩器进行浓缩,除去乙酸乙酯;残留物中加 5 mL 正己烷溶解,取其 5  $\mu$ L,用带电子捕获器的气相色谱仪进行检测,色谱中除正己烷的峰外,不得出现比  $2 \times 10^{-11}$  g  $\gamma$ -BHC 更高的峰。

丁酯化试剂:取 10 g 三氟化硼乙基络合物溶解于 25 mL 正丁醇中。

正己烷:取 300 mL 正己烷,用磨口减压浓缩器进行浓缩至 5 mL,取其 5  $\mu$ L,用带电子捕获器的气相色谱仪进行检测,色谱中除正己烷的峰外,不得出现比  $2 \times 10^{-11}$  g  $\gamma$ -BHC 更高的峰。

水:蒸馏水,如含有对该农用化学品成分物质分析有干扰作用的物质时,用正己烷等溶剂洗涤干净后再用。

无水硫酸钠:特级,如含有对该农用化学品成分物质分析有干扰作用的物质时,用正己烷等溶剂洗涤干净后再用。

甲醇:取 300 mL 甲醇,用磨口减压浓缩器进行浓缩,除去甲醇;残留物中加 5 mL 正己烷溶解,取其 5  $\mu$ L,用带电子捕获器的气相色谱仪进行检测,色谱中除正己烷的峰外,不得出现比  $2 \times 10^{-11}$  g  $\gamma$ -BHC 更高的峰。

### 3 标准品

2,4,5-T:含 2,4,5-T 98% 以上,熔点为 156 $^{\circ}$ C。

## 4 试验溶液的制备

### 4.1 提取方法

#### 4.1.1 谷类、豆类和种子类

将样品粉碎,过 420  $\mu\text{m}$  标准筛;取 10.0 g 已粉碎的样品,加 20 mL 水,静置 2 h。

加入 100 mL 丙酮、5 mL 4 mol/L 的盐酸,均质 3 min 后,用涂布 1 cm 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 50 mL 丙酮,均质 3 min 后,重复上述操作,合并滤液于减压浓缩器中,40℃ 以下浓缩至约 30 mL。

将其移入预先注入 100 mL 10% 氯化钠溶液的 300 mL 分液漏斗中。用 100 mL 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 min 后,静置,乙酸乙酯层移入 300 mL 三角瓶中。水层中加入 50 mL 乙酸乙酯,重复上述操作,合并乙酸乙酯层于上述三角瓶中。加入适量无水硫酸钠,不时振荡、混合,放置 15 min 后,滤入磨口减压浓缩器中。再用 20 mL 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。合并两次洗液于减压浓缩器中,40℃ 以下浓缩至约 1 mL,在室温下用氮气流进一步吹干。

残留物中加入 30 mL 正己烷,移入 100 mL 分液漏斗中。加入 30 mL 乙腈饱和正己烷,用振荡器激烈振荡 5 min 后,静置,乙腈层移入 200 mL 分液漏斗中。正己烷层中加入 30 mL 正己烷饱和乙腈,重复上述操作,反复操作两次,合并乙腈层于上述分液漏斗中。加入 50 mL 乙腈饱和正己烷,轻轻振荡混合后,静置,乙腈层移入磨口减压浓缩器中,40℃ 以下浓缩至约 1 mL,在室温下用氮气流进一步吹干。

#### 4.1.2 水果、蔬菜、抹茶和啤酒花

水果和蔬菜:准确称取约 1 kg 样品,必要时定量加入适量的水,搅碎混合均匀后,称取相当于 20.0 g 样品的量。

抹茶:称取 5.00 g 样品,加入水 20 mL,放置 2 h。

啤酒花:将样品粉碎后,称取其 5.00 g,加水 20 mL,放置 2 h。

加入 100 mL 丙酮和 5 mL 4 mol/L 盐酸,搅拌 3 min 后,用涂布 1 cm 厚硅藻土的滤纸抽滤至磨口减压浓缩器中,取出滤纸上的残留物,加入 50 mL 丙酮,搅拌 3 min 后,重复上述操作,合并滤液于减压浓缩器中,40℃ 以下浓缩至约 30 mL。

将其移入预先注入 100 mL 10% 氯化钠溶液的 300 mL 分液漏斗中。用 100 mL 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 min 后,静置,乙酸乙酯层移入 300 mL 三角瓶中。水层中加入 50 mL 乙酸乙酯,重复上述操作,合并乙酸乙酯层于上述三角瓶中。加入适量无水硫酸钠,不时振荡、混合,放置 15 min 后,滤入磨口减压浓缩器中。再用 20 mL 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。合并两次洗液于减压浓缩器中,40℃ 以下浓缩至约 1 mL,在室温下用氮气流进一步吹干。

#### 4.1.3 抹茶以外的茶

将 9.00 g 样品浸泡于 540 mL 100℃ 水中,室温下放置 5 min 后,过滤,移取 360 mL 冷却后滤液于 500 mL 三角瓶中。加入 18 g 氯化钠和 4 mol/L 的盐酸,调节 pH 值至 1 以下。将其移入预先注入 100 mL 乙酸乙酯的 1 000 mL 分液漏斗中,用振荡器激烈振荡 5 min 后,静置,乙酸乙酯层移入 300 mL 三角瓶中。水层中加入 100 mL 乙酸乙酯,重复上述操作,合并乙酸乙酯层于上述三角瓶中。加入适量无水硫酸钠,不时振荡、混合,放置 15 min 后,滤入磨口减压浓缩器中。再用 20 mL 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。合并两次洗液于减压浓缩器中,40℃ 以下浓缩至约 1 mL,在室温下用氮气流进一步吹干。

### 4.2 水解

在 4.1 所得的残留物加入 20 mL 甲醇溶解,移入 100 mL 茄型瓶中,加入 10 mL 1.5 mol/L 氯化钠溶液。装上回流冷却器,在 80℃ 水浴加热 30 min 后,放冷。将其移入磨口减压浓缩器中,40℃ 以下除



去大部分甲醇。残留物用玻璃过滤器(孔径标号为 G3)抽滤,滤液移入 300 mL 分液漏斗(I)中;用少量丙酮和水洗涤玻璃过滤器上的残留物,合并洗液于上述分液漏斗中。加入 50 mL 乙醚和 100 mL 10%氯化钠溶液,用振荡器激烈振荡 5 min 后,静置,水层移入 300 mL 分液漏斗(II)中。加入 4 mol/L 盐酸调节 pH 值至 1 以下,加入 50 mL 乙酸乙酯,用振荡器激烈振荡 5 min 后,静置,将乙酸乙酯层移入三角瓶中。水层中加入 50 mL 乙酸乙酯,重复上述操作,合并乙酸乙酯层于上述三角瓶中。加入适量无水硫酸钠,不时振荡、混合,放置 15 min 后,滤入磨口减压浓缩器中。再用 20 mL 乙酸乙酯洗涤三角烧瓶,以此洗液洗涤滤纸上的残留物,合并洗液于减压浓缩器中,40℃以下浓缩至约 1 mL。

#### 4.3 丁酯化

将 4.2 所得的溶液转入 20 mL 茄型瓶中,室温下用氮气流进一步吹干后,加入 1 mL 丁酯化试剂。装上回流冷却器,90℃水浴加热 30 min 后,放冷。将其移入预先注入 50 mL 10%氯化钠溶液和 50 mL 正己烷的 200 mL 分液漏斗中,用振荡器激烈振荡 5 min 后,静置,将正己烷层移入 200 mL 三角瓶中。水层中加入 50 mL 正己烷,重复上述操作,合并正己烷层于上述三角瓶中。加入适量无水硫酸钠,不时振荡、混合,放置 15 min 后,滤入磨口减压浓缩器中。再用 10 mL 正己烷洗涤三角烧瓶,以此洗液洗涤滤纸上的残留物,合并洗液于减压浓缩器中,40℃以下浓缩至约 2 mL。

#### 4.4 净化方法

在内径 10 mm、长 300 mm 的色谱管中注入 5 g 悬浮在正己烷中的柱色谱用合成硅酸镁,其上面再加入约 5 g 无水硫酸钠,放出正己烷至柱上端留有少量正己烷。柱中注入 4.3 所得的溶液后,注入 50 mL 乙醚:正己烷(1:19)混合溶液,弃去流出液。再注入 150 mL 乙醚:正己烷(3:17)混合溶液,收集流出液于磨口减压浓缩器中,40℃以下浓缩至约 1 mL,在室温下用氮气流进一步吹干。残留物中加入正己烷溶解,准确至 10 mL,此为试验溶液。

### 5 操作方法

#### 5.1 定性试验

按下列操作条件进行试验,试验结果应与标准品按 4.3 同样操作所得的结果一致。

柱:内径 0.25 mm、长 30 m 的石英毛细管,涂布 0.25 μm 厚气相色谱用 5%苯基-甲基硅酮,老化。

柱温:在 50℃保持 1 min,此后每分钟升温 25℃。到达 125℃后,每分钟升温 10℃,到 300℃后保持 5 min。

进样器温度:260℃。

检测器温度:300℃。

气体流量:以氮气或氦气作载气。调整使(2,4,5-三氯苯氧基)乙酸正丁酯约 15 min 时流出。

#### 5.2 定量试验

根据与 5.1 相同的操作条件所得的试验结果,峰高法或峰面积法定量。

#### 5.3 确证试验

按照与 5.2 相同的操作条件,用气相色谱-质谱仪测定。试验结果应与标准品按 4.3 相同操作所得的结果一致。此外,必要时用峰高法或峰面积法进行定量。