

前 言

韭菜是我国主要的蔬菜品种之一。在其生长过程中,不合理使用农药的现象时有发生,为维护消费者和生产者的利益,为管理部门提供科学依据,本标准提供了韭菜中甲胺磷、甲拌磷、久效磷、对硫磷、甲基异柳磷、毒死蜱、呋喃丹等七种农药残留检测方法。

本标准由农业部种植业管理司提出。

本标准由农业部农药检定所负责起草。

本标准主要起草人:刘光学、龚勇、秦冬梅、陶传江、何艺兵、叶纪明、朱光艳、高晓辉、吴玉环。

本标准由农业部农药检定所负责解释。

中华人民共和国农业行业标准

韭菜中甲胺磷等七种农药 残留检测方法

NY/T 447—2001

Method for the determination of
pesticide residues in leek

1 范围

本标准规定了韭菜中7种农药的残留量测定方法。

本标准适用于韭菜中甲胺磷、甲拌磷、久效磷、对硫磷、甲基异柳磷、毒死蜱、呋喃丹的残留分析,其最低检出浓度分别为(mg/kg):0.01、0.01、0.03、0.02、0.01、0.02、0.04。

2 原理

样品中农药用有机溶剂提取,经柱层析净化去除干扰物,用气相色谱仪氮磷检测器检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

3 试剂

所用试剂均为分析纯。

3.1 丙酮。

3.2 二氯甲烷。

3.3 石油醚:沸程60~90℃。

3.4 无水硫酸钠。

3.5 氯化钠。

3.6 活性炭(粉状)。

3.7 中性氧化铝(200~300目)于140℃烘4h,用8%的水减活,混匀,静置过夜备用。

3.8 农药标准品:甲胺磷、甲拌磷、久效磷、对硫磷、甲基异柳磷、毒死蜱、呋喃丹。纯度≥98.0%。

3.9 农药标准溶液:精确称取3.8所列适量的农药标准品,分别用丙酮配制成浓度约为1.0 mg/mL的标准储备液,根据需要用丙酮配置成适当浓度的混合标准工作液。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:配有氮磷检测器。

4.2 高速组织捣碎机。

4.3 旋转蒸发器。

4.4 玻璃层析柱:18 mm×25 cm 带聚四氟乙烯旋塞。

5 提取和净化

5.1 提取

中华人民共和国农业部 2001-06-01 批准

2001-10-01 实施

称取样品 20.0 g(精确至 0.1 g),置于组织捣碎机中,加入 10 g 氯化钠,100 mL 丙酮和 50 mL 二氯甲烷,高速匀浆 1 min,静置 10 min,取 100 mL 上清液于圆底烧瓶中,用旋转蒸发器在 40℃ 水浴中减压浓缩至约 1.0 mL,用 10 mL 石油醚转移两次并继续浓缩至约 1.0 mL,待净化。

5.2 净化

5.2.1 制备净化柱:依次将脱脂棉、2 cm 高无水硫酸钠、石油醚装入并将石油醚液面放至无水硫酸钠的顶部,称取 4.0 g 混合填料(活性炭:中性氧化铝=1:4),用石油醚湿装且将石油醚液面放至填料的顶部,再加入 2 cm 高的无水硫酸钠。

5.2.2 净化:将浓缩好的样品用 10 mL 石油醚分两次转至柱上,并将石油醚弃去,用 150 mL 混合淋洗液(丙酮:石油醚=1:1)淋洗并收集,浓缩,用丙酮定容至 1.0 mL,待测。

6 测定

6.1 色谱条件

6.1.1 色谱柱:HP-1701 30 m×0.25 mm×0.25 μm。

6.1.2 色谱柱温度:80℃→1 min→20℃/min→170℃→5℃/min→240℃。

6.1.3 进样口温度:240℃。

6.1.4 检测器温度:270℃。

6.1.5 载气:氮气≥99.999%,1.3 mL/min。

6.1.6 辅助气:氮气 30 mL/min,氢气(3.0±0.2)mL/min,空气 90 mL/min。

6.2 色谱测定

根据样液中农药的含量情况,选定相近的标准工作液,标准工作液和样液中农药的响应值均应在仪器的检测线性范围内。在上述条件下,各种农药的保留时间分别为(min):

甲胺磷	7.435
甲拌磷	11.433
呋喃丹	13.255
久效磷	14.214
毒死蜱	15.915
对硫磷	17.383
甲基异柳磷	17.586

7 结果

7.1 计算

农药残留量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{E_{si} \times h_i(S_i) \times V \times V_1}{V_i \times H_{si}(S_{si}) \times m \times V_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X_i ——样品中 i 组分农药的残留量,mg/kg;

E_{si} ——标准溶液中 i 组分农药的含量,μg;

V ——样品最终定容体积,mL;

V_i ——样品进样体积,μL;

$H_{si}(S_{si})$ ——标准样品中 i 组分的峰高(峰面积),mm(mm²);

$H_i(S_i)$ ——样品中 i 组分的峰高(峰面积),mm(mm²);

V_1 ——提取溶液有机相的总体积,mL;

V_2 ——提取溶液有机相的取用体积,mL;

m ——样品量,g。

7.2 方法的回收率和变异系数

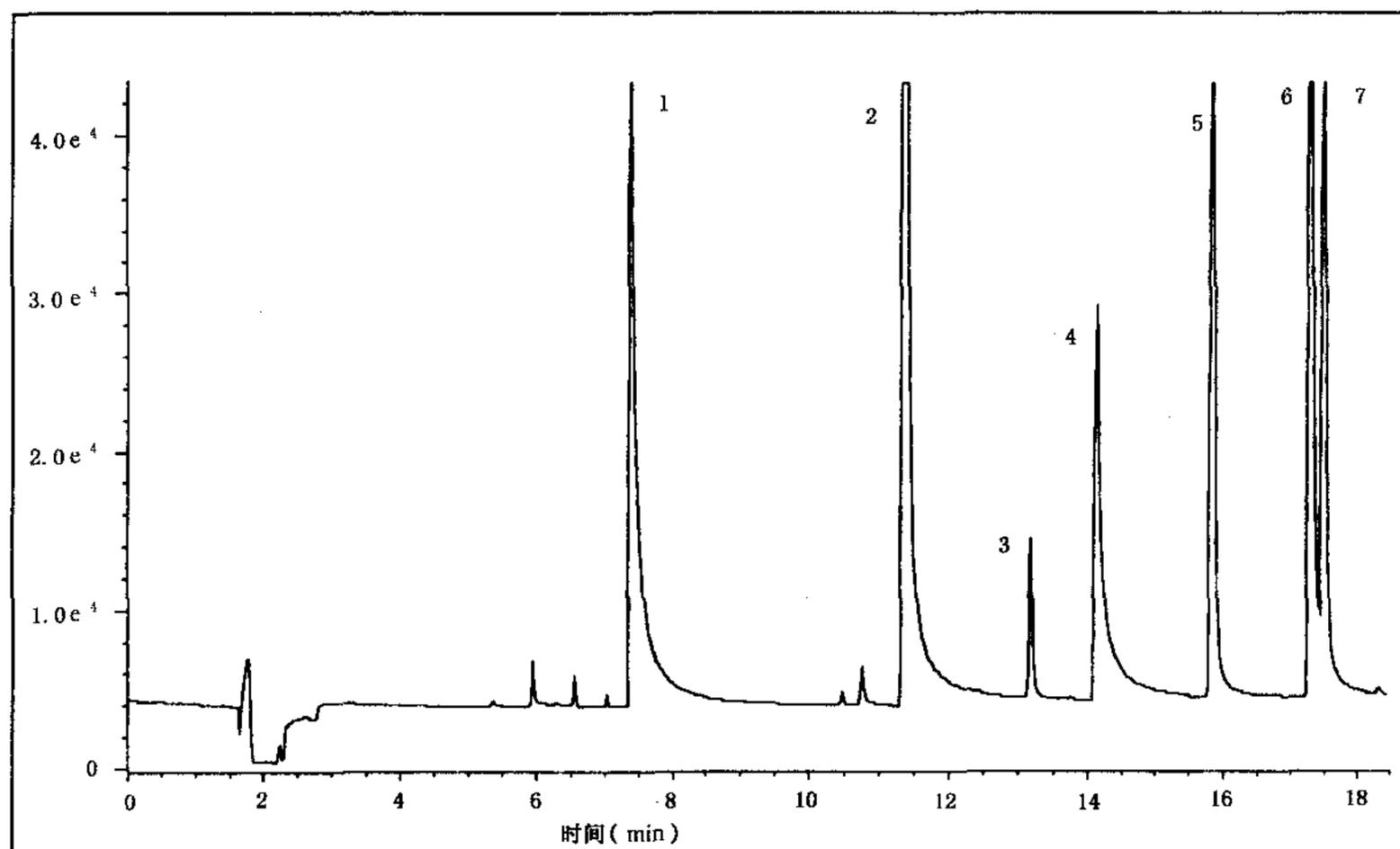
回收率的实验数据(在不同添加浓度范围内)见表1。

表1

农药名称	添加浓度 mg/kg	回收率 %	变异系数
甲胺磷	0.01~0.5	79.7~82.2	7.3~4.9
甲拌磷	0.01~0.5	80.0~88.2	8.3~4.0
久效磷	0.05~0.5	100.7~98.0	3.6~5.6
对硫磷	0.01~0.5	79.3~78.2	7.6~5.9
甲基异柳磷	0.01~0.5	82.4~98.1	8.4~5.3
毒死蜱	0.05~0.5	100.0~93.8	6.7~4.4
呋喃丹	0.01~0.5	82.0~99.1	6.7~6.0

8 色谱图

色谱图见图1。



1—甲胺磷;2—甲拌磷;3—呋喃丹;4—久效磷;
5—毒死蜱;6—对硫磷;7—甲基异柳磷

图1 色谱图