

ICS 71.040

x 04

备案号:

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1533—2011

生晒参中有机磷农药多组分残留量的测定 气相色谱法

Determination of organophosphorus pesticide multiresidues in Ginsengs——

Gas chromatography

2012 - 04 - 01 发布

2012 - 05 - 01 实施

吉林省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由吉林省工信厅提出并归口。

本标准起草单位：吉林省现代检测技术工程研究中心。

本标准起草人：王潇、李滢倩、周丽、丁兰、王旭、宋薇、陈雷。

生晒参中有机磷农药多组分残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了生晒参中马拉硫磷、对硫磷、久效磷、乐果、甲胺磷和毒死蜱残留量的测定方法。

本标准适用于生晒参中马拉硫磷、对硫磷、久效磷、乐果、甲胺磷和毒死蜱残留量的测定。

本标准的检出限：马拉硫磷为6 $\mu\text{g/kg}$ 、对硫磷8 $\mu\text{g/kg}$ 、久效磷10 $\mu\text{g/kg}$ 、乐果2 $\mu\text{g/kg}$ 、甲胺磷10 $\mu\text{g/kg}$ 、和毒死蜱8 $\mu\text{g/kg}$ 。

本标准的测定范围：2 $\mu\text{g/L}$ -20 $\mu\text{g/L}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样中有机磷农药用有机溶剂提取，再经液液分配净化等步骤除去干扰物质，用硫磷检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯。

4.1 水，去离子水（符合 GB/T 6682 规定的一级水要求）。

4.2 丙酮：重蒸。

4.3 二氯甲烷：重蒸。

4.4 氯化钠。

4.5 无水硫酸钠。

4.6 5%氯化钠溶液：称取 50.0 g 氯化钠（4.4），溶于水中，稀释至 1000 mL，混匀。

4.7 农药标准品：马拉硫磷、对硫磷、久效磷、乐果、甲胺磷和毒死蜱，纯度均应不低于 98%。

4.8 农药标准储备液：精密称取马拉硫磷、对硫磷、久效磷、乐果、甲胺磷和毒死蜱各 100 mg，分别以丙酮（4.2）定容于 100 mL 容量瓶，贮存于冰箱中。

4.9 农药混合标准工作液：根据各农药品种在仪器上的响应情况，分别量取不同量上述各标准储备液于同一容量瓶中，以丙酮（4.2）稀释成混合标准使用液。

5 仪器

5.1 气相色谱仪：硫磷检测器。

- 5.2 旋转蒸发仪。
- 5.3 调速多用振荡器。
- 5.4 植物样本粉碎机。
- 5.5 分析天平：感量 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 试样制备与保存

人参样品去杂后，磨碎，过20目筛，全部通过，储于洁净容器中，保存备用。

注：在采样和制备过程中，应避免试样污染。

6.2 提取

称取20 g（精确到0.000 1 mg）样品，加入5 g无水硫酸钠（4.5）和100 mL丙酮。震荡提取30 min，过滤后取50 mL滤液于分液漏斗中。

6.3 净化

向6.2的分液漏斗中加入50 mL5%氯化钠溶液（4.6），再以50 mL，50 mL，30 mL二氯甲烷（4.3）提取三次，合并二氯甲烷层经无水硫酸钠（4.5）过滤后，在旋转蒸发仪40℃水浴上浓缩近干，用二氯甲烷（4.3）定容至1 mL。

6.4 测定

6.4.1 气相色谱法参考条件

- 6.4.1.1 色谱柱：DB-5 石英弹性毛细管柱，长 30 m、内径 0.32 mm、膜厚 0.25μm；或等效柱。
- 6.4.1.2 柱温：程序升温。初始温度 140 ℃，保持 1 min，以 25 ℃/min 的速率升至 185 ℃，保持 2 min，以 2 ℃/min 的速率升至 195 ℃，以 10 ℃/min 的速率升至 235 ℃，保持 10 min。
- 6.4.1.3 进样口温度：250 ℃。不分流进样方式，进样量：1μL。
- 6.4.1.4 检测器：硫磷检测器。
- 6.4.1.5 载气流速：氮气 50 mL/min，尾吹气 30 mL/min，氢气 0.5 kg/cm²，空气 0.3 kg/cm²。

6.4.2 色谱分析

分别吸取1 μL混合标准液及试样净化液注入气相色谱仪，记录色谱图，以保留时间定性，以试样和标准的峰面积比较定量。

6.4.3 色谱图

色谱图参见附录A。

7 结果计算

样品中各农药的含量按式（1）计算。

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times f}{m \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中各农药的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——被测样液中各农药的含量,单位为纳克(ng);

V_1 ——样液进样体积,单位为微升(μL);

f ——稀释因子;

m ——试样质量,单位为克(g);

V_2 ——样液最后定容体积,单位为毫升(mL)。

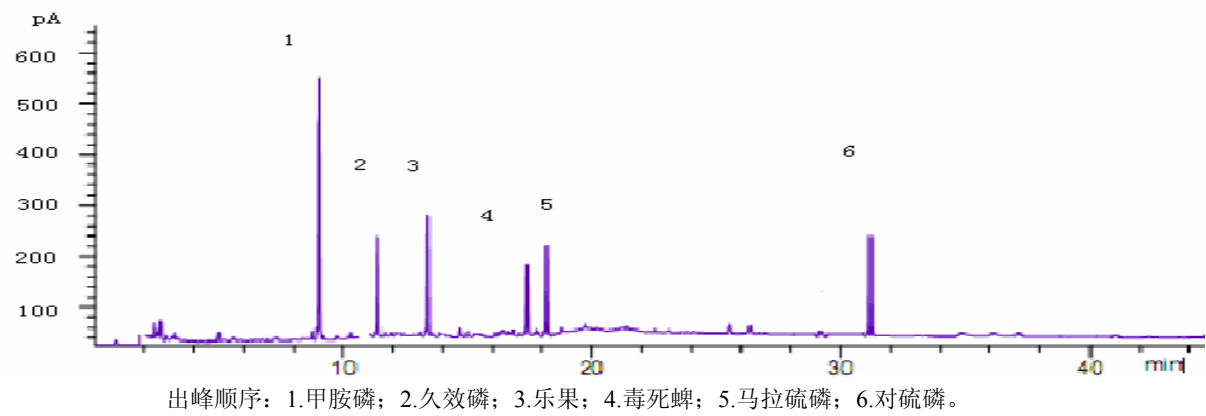
计算结果保留两位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%。

附 录 A
(资料性附录)
有机磷农药混合标准溶液的色谱图

有机磷农药混合标准溶液的色谱图见图A. 1。



图A. 1 有机磷农药混合标准溶液的色谱图