

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 2427—2018

代替 DB22/T 2427-2016

人参中百菌清等 6 种农药残留量的测定 气相色谱法

Determination of residues of 6 fungicides including chlorothalonil etc in ginseng -
GC

地方标准信息服务平台

2018 - 05 - 24 发布

2018 - 06 - 22 实施

吉林省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009 和 GB/T 20001.4-2015给出的规则起草。

本标准代替DB22/T 2427-2016《人参中百菌清等 5 种农药残留量的测定 气相色谱法》。与DB22/T 2427-2016相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了标准名称；
- 增加了“警示”部分；
- 修改了范围，在 DB22/T 2427-2016 测定参数基础上增加了菌核净；
- 修改了“仪器设备”部分内容；
- 修改了“样品”部分内容；
- 修改了“提取”部分内容；
- 修改了“精密度”部分内容；
- 增加“再线性”内容；
- 增加“质量保证和控制”；
- 增加“试验报告”；
- 增加“特殊情况”。

本标准由吉林省农业委员会提出并归口。

本标准起草单位：吉林农业大学。

本标准主要起草人：李月茹、许煊炜、赵丹、孟欣欣、逯洲、张敏、朱艳萍、陈颖、潘浦群。

本标准代替了DB22/T 2427-2016。

本标准历次版本发布情况为：

- DB22/T 2427-2016。

地方标准信息服务平台

人参中百菌清等 6 种农药残留量的测定 气相色谱法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了人参中百菌清、三唑酮、腐霉利、菌核净、丙环唑和异菌脲的气相色谱检测方法。

本标准适用于生晒参、红参和鲜人参中百菌清、三唑酮、腐霉利、菌核净、丙环唑和异菌脲 6 种农药残留量的测定。

百菌清、三唑酮、腐霉利、菌核净、丙环唑和异菌脲的检出限及定量限见附录A。

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

人参样品采用乙腈高速均质提取，弗罗里硅土柱净化，气相色谱仪测定，外标法定量。

4 试剂与材料

除非另有说明，仅使用优级纯试剂。

- 4.1 水：GB/T 6682 中规定的二级水。
- 4.2 正己烷（C₆H₁₄）：色谱纯。
- 4.3 乙腈（CH₃CN）：色谱纯。
- 4.4 丙酮（C₃H₆O）：色谱纯。
- 4.5 氯化钠（NaCl）：140 °C干燥 4 h。
- 4.6 正己烷-丙酮混合液（V+V）：7+3。
- 4.7 标准品：6 种农药标准物质信息见表 1，亦可选择有资质有定值证书的标准溶液。
- 4.8 标准溶液

表1 6种农药标准品信息及纯度

农药名称	英文名称	CAS.	纯度/%	标准工作液浓度/(μg/mL)
百菌清	Chlorothalonil	1897-45-6	≥98	0.005、0.05、0.1、0.5、1.0
三唑酮	Triadimefon	43121-43-3	≥98	0.08、0.05、0.1、0.5、1.0
腐霉利	Procymidone	32809-16-8	≥98	0.01、0.05、0.1、0.5、2.0
菌核净	Dimethachlon	24096-53-5	≥95	0.01、0.05、0.1、0.5、2.0
丙环唑	Propiconazole	60207-90-1	≥95	0.05 0.1、0.5、1、5
异菌脲	Iprodione	36734-19-7	≥95	0.05 0.1、0.5、1、5

4.8.1 标准储备溶液

准确称取一定量（精确至0.1 mg）百菌清、三唑酮、腐霉利、菌核净、丙环唑和异菌脲标准品，用丙酮分别稀释，配制成1000 mg/L单一标准储备液，-18℃条件下避光保存，使用期为6个月。

4.8.2 混合标准溶液

分别准确吸取一定体积的6种农药标准储备溶液（4.8.1）注入同一容量瓶中，用正己烷稀释至刻度配制成混合标准溶液，此标准混合液中百菌清、三唑酮、腐霉利、菌核净、丙环唑和异菌脲的浓度分别为10 μg/mL、16 μg/mL、20 μg/mL、20 μg/mL、100 μg/mL、100 μg/mL，混合标准溶液于-18℃中密封避光保存，使用期为1个月。

4.8.3 标准工作液

准确吸取适量的混合标准溶液（4.8.2），用正己烷逐级稀释配制6种农药混合标准工作液，具体浓度见表1。

注：使用-18℃条件下储存的标准储备液时，应将其放至室温再进行工作液配制。

4.9 弗罗里硅土固相萃取柱：1000 mg/6 mL(或性能相当的其它固相萃取柱)。

5 仪器设备

- 5.1 气相色谱仪：配有电子捕获检测器。
- 5.2 分析天平：感量 ± 0.1mg 和 ± 0.01g。
- 5.3 粉碎机：配 250 μm 筛。
- 5.4 破壁食物料理机：转数不低于 20000 r/min。
- 5.5 离心机：转数不低于 4000 r/min。
- 5.6 均质机：转数不低于 20000 r/min。
- 5.7 旋转蒸发仪或平行蒸发仪。
- 5.8 氮吹仪。
- 5.9 浓缩瓶：50 mL。

6 样品

6.1 生晒参、红参

取不少于100 g 样品，用粉碎机粉碎制成粉末，完全过 250 μm 筛后充分混匀装瓶密封， $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下保存，备用。

6.2 鲜人参

取不少于200 g 样品，去土，切成小块后置于破壁食物料理机中，以不低于 20000 r/min 的转速将样品制成浆状，放入洁净容器皿内密封， $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下保存，备用。

7 试验步骤

7.1 提取

7.1.1 生晒参、红参

称取样品（6.1）4 g（精确至0.01 g）于100 mL 具塞离心管中，向其中加入15 mL水和 40 mL 乙腈，将离心管置于均质机（5.6）中高速均质1 min，再向离心管中加入 5 g 氯化钠（4.5），继续均质 1 min后 4000 r/min 离心 10 min。吸取 20 mL 上层液于 50 mL 浓缩管中， $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中氮气吹至近干，吸取 2 mL 正己烷（4.2）溶解残渣，待净化。

7.1.2 鲜人参

称取样品（6.2）8 g（精确至0.01 g）于 100 mL 具塞离心管中，向其中加入40 mL 乙腈，将离心管置于均质机中高速均质1 min，再向离心管中加入 5 g 氯化钠，继续均质 1 min后 4000 r/min 离心 10 min，吸取 20 mL 上层液于 50 mL 浓缩管中， $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中氮气吹至近干，吸取2 mL 正己烷溶解残渣，待净化。

7.2 净化

将弗罗里硅土柱（4.9）依次用 5 mL 正己烷-丙酮混合液（4.6）和5 mL 正己烷进行预处理，当溶剂液面达上层筛板表面时，立即倒入待净化溶液（7.1.1或7.1.2），用浓缩瓶（5.9）接收，待液面下降至上层筛板表面，用 10 mL 正己烷-丙酮混合液分 2 次冲洗浓缩管并洗脱小柱，将浓缩瓶中洗脱液于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中旋转浓缩或平行蒸发至近干，用2 mL正己烷充分溶解，涡旋混匀后转移至进样瓶中，待测。

7.3 色谱参考条件

7.3.1 色谱柱：50%苯基—50%甲基聚硅氧烷石英毛细管柱，30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm 或相当者。

7.3.2 检测器类型及温度：电子捕获检测器， $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.3.3 进样口温度： $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.3.4 程序升温： $100^{\circ}\text{C}(1\text{ min})\xrightarrow{\Delta 15^{\circ}\text{C}/\text{min}}240^{\circ}\text{C}(10\text{ min})\xrightarrow{\Delta 10^{\circ}\text{C}/\text{min}}280^{\circ}\text{C}(8\text{ min})$ 。

7.3.5 载气及流量：高纯氮气，1.0 mL/min。

7.3.6 尾吹气流量：60 mL/min。

7.3.7 进样体积：1.0 μL 。

7.3.8 进样方式：不分流进样。

7.4 标准曲线的绘制

分别吸取 1.0 μL 混合标准工作液 (4.8.3) 按照仪器参考条件 (7.3)，由低浓度到高浓度依次进行测定。以质量浓度 (μg/mL) 为横坐标，峰面积为纵坐标分别绘制 6 种农药标准曲线。

7.5 测定

取 1.0 μL 待测试样 (7.2)，按照与绘制校准曲线相同的仪器参考条件 (7.3) 进行测定。

7.6 空白试验

除不加样品外，均按 7.1~7.5 同步进行测定。

7.7 平行试验

按以上试验步骤对同一样品进行 2 次平行测定。

8 实验数据处理

8.1 定性分析

根据样液中被测物含量情况，选定浓度相近的标准工作溶液与其比较，如果样品溶液的保留时间与 6 种农药标准溶液的保留时间相差在 ±1% 内，则被认定为有此种农药检出，对于阳性样品应选用极性不同色谱柱复测或用质谱进行进一步确证。

8.2 定量结果计算

样品中 6 种农药残留量以原样的质量分数 ω 计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按式 (1) 计算：

$$\omega = \frac{V_1 \times V_3}{V_2 \times m} \times \rho \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——标准曲线校正后所测定该种农药的质量浓度，单位为毫克每升 (μg/mL)；

V_1 ——提取液中有有机溶剂总体积，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——吸取出用于检测的提取溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_3 ——样品溶液定容体积，单位为毫升 (mL)；

m ——称取试样的质量，单位为克 (g)。

检测结果以平行测定的算术平均值表示，保留 3 位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值 (百分率)，应符合附录 C 要求。

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值 (百分率)，应符合附录 D 的要求。

10 质量保证和质量控制

10.1 每批试剂应做一次空白试验，试剂空白值应低于方法检出限。

10.2 每批次样品应至少进行一个空白试验，空白值应低于方法检出限；有强阳性样品检出后应进行空白样测定，排除仪器污染。

10.3 校准曲线的相关系数应不低于 0.995。

10.4 每 10 个样品或每批次样品应测定一个校准曲线中间点浓度的标准溶液，其测定结果与校准曲线该点浓度的相对偏差应小于 20%，否则应重新绘制校准曲线。

10.5 每 30 个样品或每批次(少于 30 个样品)应至少进行一次样品加标回收试验，回收率应在 80%~120%。

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

12 特殊情况

如果 10.5 中的样品由于强基质效应导致无法准确定量，应利用空白样品基质溶液配制 4.8.3 系列标准工作液并进行定量。

地方标准信息服务平台

附 录 A
(资料性附录)
6 种农药检出限及定量限

6种农药检出限及定量限见表A. 1。

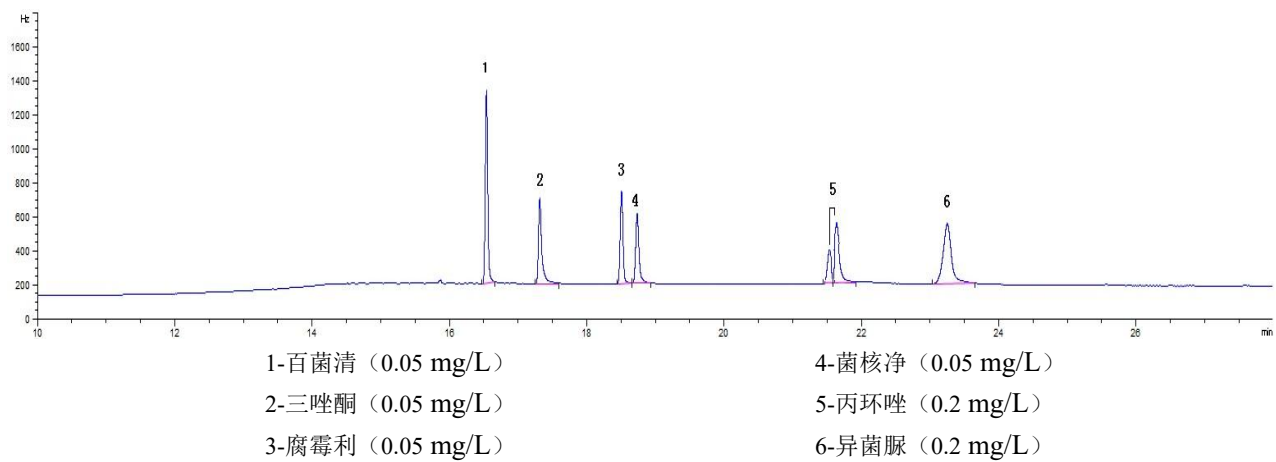
表A. 1 6 种农药方法定量限

农药名称	鲜人参		红参、生晒参	
	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
百菌清	0.0010	0.0025	0.015	0.0050
三唑酮	0.0010	0.0040	0.020	0.0080
腐霉利	0.0015	0.0050	0.0030	0.010
菌核净	0.0015	0.0050	0.0030	0.010
丙环唑	0.010	0.025	0.020	0.050
异菌脲	0.010	0.025	0.020	0.050

地方标准信息服务平台

附 录 B
(资料性附录)
6 种农药标准溶液色谱图

6种农药标准溶液色谱图见图B. 1。



图B. 1 6 种农药标准溶液色谱图

地方标准信息服务平台

附 录 C
(规范性附录)
6 种农药的重现性

6种农药的重现性见表C.1。

表C.1 6 种农药实验室内重现性要求

被测组分含量/(mg/kg)	绝对差值/算术平均值/(%)
≤ 0.01	32
$>0.01 \leq 0.1$	22
$>0.1 \leq 1$	18
>1	14

地方标准信息服务平台

附 录 D
(规范性附录)
6 种农药的再现性

6种农药的再现性见表D. 1。

表D. 1 6 种农药实验室间再现性要求

被测组分含量/(mg/kg)	绝对差值/算术平均值/(%)
≤ 0.01	46
$>0.01 \leq 0.1$	34
$>0.1 \leq 1$	25
>1	19

地方标准信息服务平台