

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 2077—2014

人参中嘧菌酯残留限量要求及使用规范

Maximum residue limits for azoxystrobin in ginseng

2014 - 05 - 04 发布

2014 - 06 - 01 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 20001.4-2001给出的规则起草。

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、吉林省农业技术推广总站。

本标准主要起草人：逯忠斌、侯志广、王秀梅、赵晓峰、张浩、王岩、王鑫宏、刘建国。

人参中嘧菌酯残留限量要求及使用规范

1 范围

本标准规定了人参中嘧菌酯最大残留限量和检测方法。
本标准适用于人参中嘧菌酯农药残留量的测定。
本标准方法的检出限为 0.01 mg/kg。

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 6379(所有部分) 测试方法与结果的准确度（正确度与精密度）
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

最大残留限量 maximum residue limits (MRLs)

在生产或保护商品过程中，按照农药使用的良好农业规范（GAP）使用农药后，允许农药在各种农产品及食品中或其表面残留的最大浓度。

4 要求

人参中嘧菌酯农药最大残留限量指标见表1。

表1 人参中嘧菌酯农药最大残留限量指标

序号	中文通用名	英文通用名	最大残留限量, mg/kg	备注
1	嘧菌酯	azoxystrobin	0.5	

5 使用规范

人参中嘧菌酯用量不超过150 g a.i/ha~225 g a.i/ha，施药间隔7 d，用药次数3 次~4 次，安全间隔期为3 d。

6 检测方法

人参中的噻菌酯残留量检测方法按附录A执行。

附录 A (规范性附录)

人参中噁菌酯残留量的测定方法

A.1 原理

试料中的农药用乙腈匀浆提取，提取液经过弗罗里硅土固相萃取柱净化后，用气相色谱--电子捕获检测器测定，保留时间定性和外标法定量。

A.2 试剂与材料

除非有说明，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682 中规定的一级水。

A.2.1 氯化钠 (NaCl): 140 °C 烘烤4 h。

A.2.2 乙腈 (CH₃CN)。

A.2.3 正己烷 (C₆H₁₄,)，优级纯。

A.2.4 丙酮 (C₃H₆O)。

A.2.5 SPE 弗罗里硅土小柱: 1 000 mg, 6 ml或相当者。

A.2.6 噁菌酯农药标准品，纯度≥98.0%。

A.2.7 农药标准储备溶液

称取噁菌酯农药标准品0.01 g (精确至0.000 01 g)，置于10 ml棕色容量瓶中，用丙酮定容，配制成1000 mg/L噁菌酯标准品储备液，贮存在-18℃以下冰箱中，有效期6个月。移取0.5 ml噁菌酯标准品储备液于50 ml棕色容量瓶中，用丙酮定容至刻度，配制成10 mg/L噁菌酯标准品储备液，4 °C保存，有效期3个月。

A.2.8 农药标准工作液

根据噁菌酯在仪器上的响应值，准确吸取适量 10 mg/L 的标准储备液，使用前用正己烷稀释成所需质量浓度的标准工作液，标准工作液避光4 °C保存，有效期1个月。

A.3 仪器设备

A.3.1 气相色谱仪: 配有电子捕获检测器 (ECD)。

A.3.2 分析天平，感量±0.000 01 g、感量±0.0 1 g。

A.3.3 匀浆机: 转速不低于20 000r/min。

A.3.4 高速中药粉碎机。

A.3.5 氮吹仪。

A.3.6 旋涡混和器。

A.3.7 旋转蒸发仪。

A.4 试样的制备

A.4.1 抽样

同一检验批的商品应具有相同的特征，如包装、标记、产地、规格、等级和同一生产批号等。抽样的数量如商品件数不足5件，逐件取样；5~100件，随机取样5件；100~1000件，按5%取样；超过1000件的，超过部分按1%取样。抽取的样品量一般不应少于实验所需用量的3倍，即1/3量供分析检测用，1/3量供复检用，剩余1/3则留原样保存。抽取的样品量不少于250 g，超过时可采用粉碎后四分法取舍。

A.4.2 试样制备

样品用高速中药粉碎机粉碎，通过350 μm 筛，充分混匀后装瓶密封写好编号后，置于冷藏室内，待测。

A.5 分析步骤

A.5.1 提取

准确称取2.0 g（精确到0.0001 g）试料放入匀浆机中，加入20 ml蒸馏水，再加入50.0 ml乙腈，在匀浆机中高速匀浆2 min后用滤纸过滤，滤液收集到装有5.0 g~7.0 g氯化钠的100 ml具塞量筒中，收集滤液40 ml~50 ml，盖上塞子，震荡1 min，室温下静止30 min以上，使乙腈相和水相充分分层。

A.5.2 浓缩与净化

A.5.2.1 浓缩

从100 ml具塞量筒中吸取上层乙腈溶液25.0 ml（相当于1g试样量），放入250 ml烧瓶中，提取液在40℃水浴、减压抽滤，用旋转蒸发仪浓缩，浓缩试样至少于1 ml，取下，用氮气吹至近干，立即加入2.0 ml正己烷，摇匀后待净化。

A.5.2.2 净化

依次用5 ml的丙酮+正己烷溶液（10+90）、5 ml的正己烷预淋洗弗罗里硅土小柱，弃去流出液，当溶剂液面到达柱吸附层表面时，立即倒入待净化样品溶液，用100 ml烧杯接收洗脱液，用5 ml丙酮+正己烷溶液（20+80）冲洗烧瓶后淋洗弗罗里硅土柱，并重复一次，取下用氮气吹干后，立即加入2.0 ml正己烷，摇匀，供气相色谱测定。

A.5.3 测定

A.5.3.1 色谱参考条件

A.5.3.1.1 色谱柱

HP-5（30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25 μm ）石英毛细管柱或相当者；

A.5.3.1.2 温度

柱温箱温度：100℃（保持1 min）25℃/min 200℃（保持10 min）10℃/min 260℃（保持20 min）。

进样口温度：280℃。

检测器温度：300℃。

A.5.3.1.3 载气

氮气，纯度 $\geq 99.999\%$ ，恒流模式，流速为1.0 ml/min。

A.5.3.1.4 进样方式和进样量

不分流进样；进样量，1 μ l。

A.5.3.2 定性测定

进行样品测定时，如果检出的色谱峰保留时间与标准样品相一致（ ± 0.05 min），则可判断样品中存在这种农药化合物。

A.5.3.3 定量测定

采用外标法，以峰面积定量。本方法的农药标准溶液的色谱图参见附录A。

A.5.4 空白试验

除不加试料外，其余均按7.1~7.3步骤进行。

A.6 结果计算

试料中农药的残留量用质量分数 w 计，数值以毫克每千克(mg/kg)表示，按公式(1)计算：

$$w = \frac{\rho_s \times A_x \times V_0}{A_s \times m \times F} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

ρ_s ——标准溶液质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V_0 ——试样溶液最终定容体积，单位为毫升(ml)；

A_s ——标准溶液中农药的峰面积；

A_x ——试样溶液中农药的峰面积；

m ——试样质量，单位为克(g)；

F ——分取体积/提取液体积。

注：计算结果保留小数点后两位有效数字。

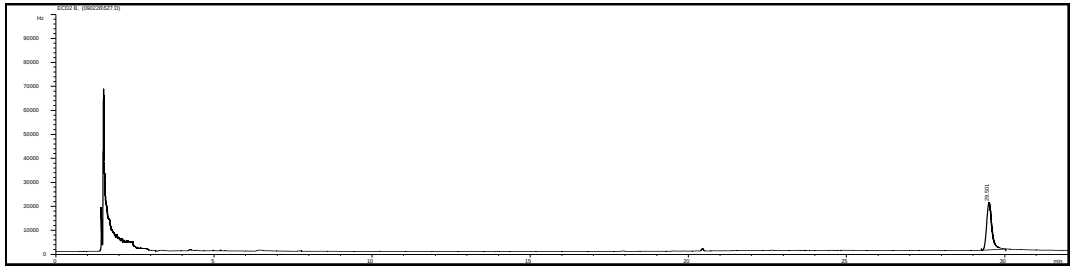
A.7 最低检出浓度

本方法最低检出浓度为0.05 mg/kg

A.8 精密度

每种农药在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对值不大于这两个测定值算术平均值的15%。

A.9 参考色谱图



图A.1 农药标准溶液的色谱图

出峰时间：嘧菌酯 29.501 min