

### 人参中百菌清等 5 种农药残留量的测定 气相色谱法

Determination of residues of 5 fungicides including chlorothalonil etc in ginseng -  
Gas chromatography method

2016 - 03 - 21 发布

2016 - 05 - 01 实施

---



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009、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（农业部参茸产品质量监督检验测试中心）。

本标准主要起草人：孟欣欣、李月茹、许焯炜、陈丹、张敏、陈颖、赵丹、朱艳平、薛艳杰。



# 人参中百菌清等 5 种农药残留量的测定 气相色谱法

## 1 范围

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

本标准适用于鲜人参、生晒参、红参中百菌清、三唑酮、腐霉利、丙环唑和异菌脲等五种杀菌剂的残留量测定。

本标准方法线性范围为：百菌清为0.0025 mg/kg~0.50 mg/kg（鲜人参），0.005 mg/kg~1.00 mg/kg（生晒参、红参）；三唑酮为0.004 mg/kg~0.50 mg/kg（鲜人参），0.008 mg/kg~1.00 mg/kg（生晒参、红参）；腐霉利为0.005 mg/kg~1.00 mg/kg（鲜人参），0.01 mg/kg~2.00 mg/kg（生晒参、红参）；丙环唑为0.025 mg/kg~2.50 mg/kg（鲜人参），0.05 mg/kg~5.00 mg/kg（生晒参、红参）；异菌脲为0.025 mg/kg~2.50 mg/kg（鲜人参），0.05 mg/kg~5.00 mg/kg（生晒参、红参）。

百菌清、三唑酮、腐霉利、丙环唑、异菌脲的方法定量限分别为：0.0025 mg/kg, 0.004 mg/kg, 0.005 mg/kg, 0.025 mg/kg, 0.025 mg/kg（鲜人参）；0.005 mg/kg, 0.008 mg/kg, 0.01 mg/kg, 0.05 mg/kg, 0.05 mg/kg（生晒参、红参）。

## 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 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**鲜人参** fresh ginseng

尚未经过干燥和加工过程的人参(*Panax ginseng* C. A. Mey.)。

## 4 原理

试料经乙腈振荡提取，经弗罗里圭土柱净化，去除脂溶性杂质，用气相色谱仪测定，外标法定量。

## 5 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯试剂，实验用水符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

5.1 正己烷 (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>)：色谱纯。

5.2 乙腈 (CH<sub>3</sub>CN)：色谱纯。

5.3 丙酮 (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O) : 色谱纯。

5.4 氯化钠 (NaCl) 。

5.5 标准品: 百菌清、三唑酮、腐霉利、丙环唑和异菌脲标准品见表 1 五种杀菌剂标准品纯度。

表1 五种杀菌剂标准品纯度

农药名称	英文名称	CAS	纯度/%
百菌清	chlorothalonil	1897-45-6	≥99
三唑酮	triadimefon	43121-43-3	≥99
腐霉利	procymidone	32809-16-8	≥99
丙环唑	propiconazole	60207-90-1	≥99
异菌脲	Iprodione	36734-19-7	≥99

5.6 农药标准储备液:准确称取一定量(精确至 0.1 mg) 百菌清、三唑酮、腐霉利、丙环唑和异菌脲标准品,用正己烷分别稀释,配制成 1000 μg/mL 单一农药标准储备液,并贮存在-18℃下冰箱中(保存期 6 个月)。

5.7 标准工作液的配制:分别准确称取 5 种农药适量的标准储备溶液(5.6)用正己烷稀释成浓度为 0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL 系列混合标准溶液需现用现配。

5.8 固相萃取柱: Florisil 小柱 1000 mg/6 mL。

5.9 铝箔。

## 6 仪器设备

6.1 气相色谱仪: 配有电子捕获检测器。

6.2 分析天平: 感量±0.1mg 和±0.01g。

6.3 高速粉碎机(100 μm)。

6.4 破壁食物料理机(不低于 20000 r/min)。

6.5 离心机(不低于 4000 r/min)。

6.6 振荡器。

6.7 恒温水浴锅。

6.8 氮吹仪。

6.9 旋转蒸发仪。

## 7 试样的制备

### 7.1 鲜人参

准确称取干净、切段的鲜人参试样 100 g 于破壁食物料理机中,加入 80 mL 水,以不低于 20000 r/min的转速将样品制成糊浆状,充分混匀后 -18℃ 密封保存,备用。

### 7.2 生晒参、红参

取不少于 100 g 人参试样，用高速粉碎机（6.3）粉碎制成粉末，充分混匀后装瓶密封，置于冷冻室内  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$  保存，备用。

## 8 分析步骤

### 8.1 提取

#### 8.1.1 鲜人参

称取 18 g（精确至 0.01 g，相当于 10 g 试样）试样（7.1）于 100 mL 具塞离心管中，加入 40 mL 乙腈，封口后置于振荡器室温振荡提取 30 min，向离心管加入 7 g 氯化钠，剧烈振荡 1 min 后以 4000 r/min 离心 10 min，吸取 20 mL 上层有机相在  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  下用氮吹仪吹至近干，用 2 mL 正己烷溶解残渣，盖上铝箔待净化。

#### 8.1.2 生晒参、红参

称取 5 g（精确至 0.01 g）（7.2）人参试样于 100 mL 具塞离心管中，加入 15 mL 水和 40 mL 乙腈，封口后室温振荡提取 30 min，以下按照 8.1.1 “向离心管加入……待净化。”过程处理。

### 8.2 净化

用 5 mL 丙酮+正己烷（3+7，体积比）、5 mL 正己烷预淋洗 Florisil 小柱，弃去流出液，当液面到达柱吸附层表面时，立即加入待净化的样品溶液（8.1），用 100 mL 圆底烧瓶接收流出液，用 10 mL 丙酮+正己烷（3+7，体积比）分 2 次润洗待净化液容器并淋洗小柱，将收集的洗脱液于旋转蒸发仪  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  水浴减压浓缩至近干，用正己烷溶解定容至 2.5 mL，摇匀，上机测定。

#### 8.2.1 空白实验

除不加试样外，采用上述分析步骤进行空白测定。

### 8.3 测定

#### 8.3.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱：石英毛细管柱 DB-17， $30\text{ m} \times 0.25\text{ mm} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$  或相当者。
- b) 检测器类型及温度：电子捕获检测器， $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- c) 进样口温度： $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- d) 程序升温： $100\text{ }^{\circ}\text{C}(1\text{ min}) \xrightarrow{\Delta 15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}} 240\text{ }^{\circ}\text{C}(10\text{ min}) \xrightarrow{\Delta 10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}} 280\text{ }^{\circ}\text{C}(8\text{ min})$ 。
- e) 载体及流量：高纯氮气， $1.0\text{ mL}/\text{min}$ 。
- f) 尾吹气：高纯氮气 流速  $60\text{ mL}/\text{min}$ 。
- g) 进样方式：不分流进样。
- h) 进样量： $1.0\text{ }\mu\text{L}$

#### 8.3.2 测定

分别吸取  $1.0\text{ }\mu\text{L}$  标准系列工作液和净化后的样品溶液、空白溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以各系列标准溶液建立的标准曲线对样品溶液定量，五种农药标准溶液谱图参见附录 A。

## 9 分析结果计算

### 9.1 定性分析

测得的样品溶液（8.3.2）中保留时间（RT）与五种农药标准溶液的保留时间（RT）相比较，如果样品溶液的保留时间与五种农药标准溶液的保留时间相差在±5%内均可认定为该种农药。

### 9.2 定量结果计算

试料中五种农药残留量以质量分数  $\omega$  计以原样计，样品中五种农药残留量按式（1）计算：

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

式中：

$\rho$ ——标准曲线中读出农药的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$V_1$ ——提取液中有机溶剂总体积，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）。

注：鲜人参18 g称样质量按10 g计；计算结果保留两位有效数字，计算结果应扣除空白值。

## 10 精密度

### 10.1 重复性

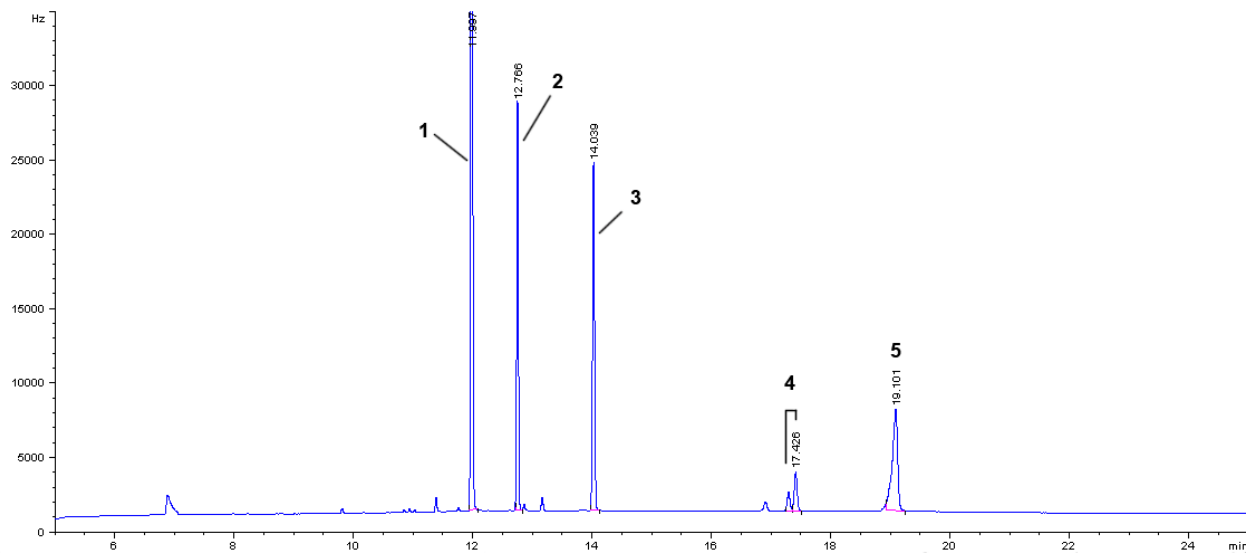
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于这两个测定值算术平均值的 10%。

### 10.2 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不大于这两个测定值算术平均值的 15%。



附录 A  
(资料性附录)  
五种农药标准溶液色谱图



注：1—百菌清 (0.1mg/L)、2—三唑酮 (0.1mg/L)、3—腐霉利 (0.1mg/L)、4—丙环唑 (0.2mg/L)、5—异菌脲 (0.5mg/L)

图A.1 五种农药标准溶液色谱图