

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB21/T 2561—2016

食用菌培养基中有机氯类、拟除虫菊酯类
农药残留检测方法

DB21

2016 - 01 - 05 发布

2016 - 03 - 05 实施

辽宁省质量技术监督局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 原理 1

3 试剂 1

4 仪器 1

5 操作方法 1

6 计算 2

7 精密度 2



前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由岫岩满族自治县产品质量监督检验所提出。

本标准由鞍山市质量技术监督局归口。

本标准起草单位：岫岩满族自治县产品质量监督检验所。

本标准主要起草人：石入菲、隋明芳、张凯、陈国松、谷颖、赵佩华、王丹。



食用菌培养基中有机氯类、拟除虫菊酯类农药残留检测方法

1 范围

本标准规定了食用菌培养基中有机氯类、拟除虫菊酯类农药残留检测方法。

本标准适用于食用菌培养基中有机氯类、拟除虫菊酯类农药残留检测。

2 原理

样品中有机氯类、拟除虫菊酯类农药经提取、净化后用气相色谱法测定，与标准比较定量。电子捕获检测器对于负电性强的化合物具有较高的灵敏度，利用这一特点，可分别测出微量的有机氯类、拟除虫菊酯类农药。不同异构体和代谢物可同时分别测定。

出峰顺序： α -666、 β -666、 γ -666、 δ -666、p,p'-DDE、o,p'-DDT、p,p'-DDD、p,p'-DDT、联苯菊酯、甲氰菊酯、三氟氯氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯。

3 试剂

使用的试剂一般系分析纯，有机溶剂需经重蒸馏。

3.1 石油醚：沸程 30℃~60℃。

3.2 标准溶液：有证农药标准储备液。用石油醚稀释成已成单品种的标准使用液，根据各农药品种在仪器上的响应情况吸取不同量的标准储备液，用石油醚稀释成混合标准使用液。

4 仪器

4.1 小型粉碎机。

4.2 分样筛。

4.3 旋转蒸发仪。

4.4 电动振荡器。

4.5 凝胶色谱柱（19mm×300mm，15 μ m）。

4.6 气相色谱仪：具有电子捕获检测器。

5 操作方法

5.1 提取

称取 20.0g 粉碎后并通过 20 目筛的样品，置于 250mL 具塞锥形瓶中，加 100mL 石油醚，于电动振荡器上振荡 30min，滤入 250mL 分液漏斗中，以 20mL~30mL 石油醚分数次洗涤残渣，洗液并入分液漏斗中。以石油醚稀释至 100mL。旋转蒸发，浓缩到 1mL。

5.2 净化

过凝胶色谱柱净化,用 70mL 石油醚洗脱,弃去 35mL 洗脱液,收集 36mL~70mL 的洗脱液,旋转蒸发,浓缩到 1mL,再用 70mL 石油醚洗脱,过凝胶色谱柱净化,收集收集 36mL~70mL 的洗脱液,旋转蒸发,浓缩,用石油醚定容到 1mL。

5.3 测定

5.3.1 色谱条件

5.3.1.1 气化室温度: 250℃。

5.3.1.2 色谱柱温度: 柱温自 180℃以 10℃/min 升至 230℃, 保持 30 分钟。

5.3.1.3 检测器温度: 250℃。

5.3.1.4 载气(氮气)流速: 60mL/min。

5.3.1.5 色谱柱: 内径 0.3mm, 长 30m 的毛细柱, 内装涂以 SE30。

5.3.2 色谱分析

吸取1μL试样液注入气相色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰面积。再吸取1μL混合标液使用液进样,记录色谱峰保留时间和峰面积。根据级分在色谱上的出峰时间与标准组分比较定性,用外标法与标准组分比较定量。

6 计算

各组分含量按式(1)计算。

$$X_1 = \frac{A_1 \times 1000}{m_1 \times V_2 / V_1 \times 1000} \dots\dots\dots(1)$$

式中: X_1 ——样品中各组分的单一含量,mg/kg;

A_1 ——被测定用样液中各组分的单一含量, ng;

V_1 ——样品净化液体积, mL;

V_2 ——样液进样体积, μL;

m_1 ——样品质量, g。

7 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15%。