

ICS 71.040.50
B 17
备案号: 49659-2016

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB21/T 2562—2016

食用菌培养基中氨基甲酸酯类
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 2

6 测量与计算 2

7 精密度 3



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：蒋晓彤、唐铭、隋明芳、张轶华、孙铭泽、吴非霏、石入菲。



食用菌培养基中氨基甲酸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氨基甲酸酯类农药残留检测方法。
本标准适用于食用菌培养基中氨基甲酸酯类农药残留检测。

2 原理

试样中氨基甲酸酯农药用有机溶剂提取，再经液液分配、微型柱净化等步骤除去干扰物质，用火焰光度检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

样品中速灭威、叶蝉散、仲丁威、甲萘威、呋喃丹、抗蚜威和西维因七种氨基甲酸酯类农药经提取、净化后用气相色谱法测定，与标准比较定量。利用火焰光度检测器对氨基甲酸酯农药可同时分别测定。

出峰顺序：速灭威、叶蝉散、仲丁威、甲萘威、呋喃丹、抗蚜威和西维因。

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 丙酮。

3.2 二氯甲烷。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 氯化钠

3.5 助滤剂 Celite 545

3.6 标准样品：国家标物中心有证农药标准储备液，分别准确称标准品，用丙酮为溶剂，分别配制成1mg/mL标准储备液，贮于冰箱中，使用时用丙酮稀释配成单品种的标准使用液。再根据各农药品种在仪器上的响应情况，吸收不同量的标准储备液，用丙酮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 组织捣碎机。

4.4 电动振荡器。

4.5 恒温水浴锅。

4.6 气相色谱仪：具有火焰光度检测器，毛细管柱，柱径 0.25mm，长 30m，HP-5 液膜厚度 2 μm~3 μm。

5 操作方法

5.1 提取称取 20g 粉碎后并通过 20 目筛的样品，置于 250mL 具塞锥形瓶中，加 50mL 水和 100mL 丙酮，于用组织捣碎机提取 2min，匀浆液经铺两层滤纸及 10g 助滤剂 Celite 545 布氏漏斗抽滤，滤液并入 500mL 分液漏斗中。

5.2 净化

滤液中加入 15g 氯化钠，剧烈振摇 2min，静置 10min，水相加 30mL 二氯甲烷振摇 2min，静置 10min。合并丙酮和二氯甲烷相，经装有 25g 无水硫酸钠玻璃漏斗，滤入 250mL 圆底烧瓶，再用 40mL 二氯甲烷分数次冲洗漏斗，合并滤液，经旋转蒸发，用二氯甲烷定容至 5mL。

5.3 测定

5.3.1 色谱条件

5.3.1.1 气化室温度：190℃。

5.3.1.2 色谱柱温度：160℃。

5.3.1.3 检测器温度：165℃。

5.3.1.4 载气（氮气）流速：60mL/min。

5.3.1.5 色谱柱：内径 0.32mm，长 30m 的毛细柱，内装涂以 DB5 或 OV101。

5.3.1.6 柱温采用程序升温方式



5.3.2 色谱分析

量取 1μL 混合标准溶液及试样净化液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

6 测量与计算

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

式中：X₁——样品中各组分的单一含量，mg/kg；

A₁——被测定用样液中各组分的单一含量，ng；

V₁——样品净化液体积，mL；

V₂——样液进样体积，μL；

m₁——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10%。

