

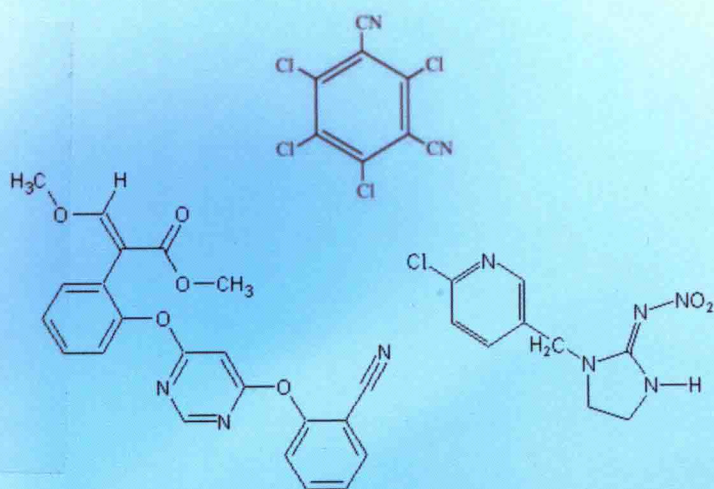
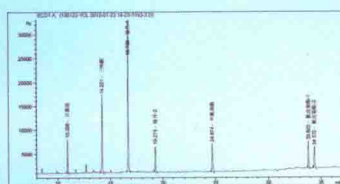


普通高等教育农业部“十二五”规划教材
全国高等农林院校“十二五”规划教材

农药残留分析

第二版

岳永德 主编



中国农业出版社

普通高等教育农业部“十二五”规划教材
全国高等农林院校“十二五”规划教材

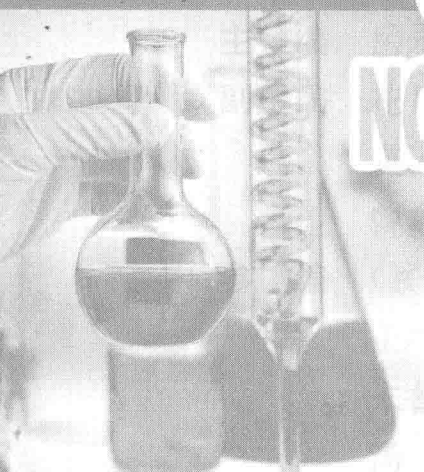
农药残留分析

NONGYAO CANLIU FENXI

第二版

岳永德 ◎主编

中国农业出版社



图书在版编目 (CIP) 数据

农药残留分析 / 岳永德主编. —2 版. —北京:

中国农业出版社, 2014. 8

普通高等教育农业部“十二五”规划教材 全国高等
农林院校“十二五”规划教材

ISBN 978-7-109-19432-8

I. ①农… II. ①岳… III. ①农药残留量分析-高等
学校-教材 IV. ①X592.02

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 168615 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)

(邮政编码 100125)

责任编辑 李国忠

中国农业出版社印刷厂印刷 新华书店北京发行所发行

2004 年 8 月第 1 版 2014 年 8 月第 2 版

2014 年 8 月第 2 版北京第 1 次印刷

开本: 787mm×1092mm 1/16 印张: 25

字数: 595 千字

定价: 43.50 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

主 编 岳永德 (国际竹藤中心, 安徽农业大学)

副主编 花日茂 (安徽农业大学)

虞云龙 (浙江大学)

曾鑫年 (华南农业大学)

参 编 (按姓名笔画排序)

王鸣华 (南京农业大学)

朱鲁生 (山东农业大学)

汤 锋 (国际竹藤中心, 安徽农业大学)

刘曙照 (扬州大学)

范志先 (青岛科技大学)

操海群 (安徽农业大学)

主 编 岳永德 (安徽农业大学)

编写人员 (按姓名笔画排序)

朱鲁生 (山东农业大学)

刘丰茂 (中国农业大学)

汤 锋 (安徽农业大学)

花日茂 (安徽农业大学)

何艺兵 (农业部农药检定所)

陆贻通 (上海交通大学)

范志先 (吉林农业大学)

岳永德 (安徽农业大学)

周 培 (上海交通大学)

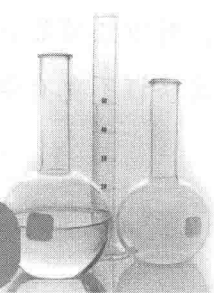
曾鑫年 (华南农业大学)

虞云龙 (浙江大学)

操海群 (安徽农业大学)

主 审 樊德方 (浙江大学)

钱传范 (中国农业大学)



第二版前言

《农药残留分析》于2004年出版发行。该教材使用的10年间,我国农药残留和食品安全问题一直受到社会和管理部门的高度关注,农药残留检测、监督机构普遍建立,分析检测条件不断改善,农药残留分析技术快速发展,农药残留风险管理水平逐步提高。及时地在本教材中加强农药残留分析的理论基础和技术进展,使之在实践中更好地发挥作用,是高等院校师生和广大读者的迫切要求,也是编写人员力求实现的愿望。

根据普通高等教育农业部“十二五”规划教材的编写要求,我们对本教材第一版进行修订。2012年3月,第二版全体编写人员在安徽合肥召开了教材修订会议,讨论了修订重点,落实了编写分工。此后,编写人员在第一版的基础上进行了认真的修订,全稿于2013年5月汇总,并完成统稿。

本教材各章编写及修订人员,第一章为岳永德,第二章为王鸣华,第三章为曾鑫年,第四章为范志先、朱鲁生和岳永德,第五章为范志先、虞云龙和操海群,第六章为刘曙照,第七章为岳永德和王鸣华,第八章为花日茂、虞云龙和曾鑫年,第九章为朱鲁生,第十章为汤锋和操海群,第十一章为花日茂和操海群,农药残留分析实验为花日茂和操海群。全书由岳永德定稿。

需要说明的是,部分第一版编写人员因为时间或工作的原因,未参加第二版修订工作。但他们在本教材第一版承担的编写任务,为该章节奠定了基础,作出了辛勤的劳动和重要的贡献。在此谨向第一版全体编写者致以诚挚的谢意。同时要感谢在教材编写过程中做了许多协助工作的青岛科技大学的张晖和赵文英研究生,以及安徽农业大学的李学德教授、吴祥为副教授和唐俊讲师。

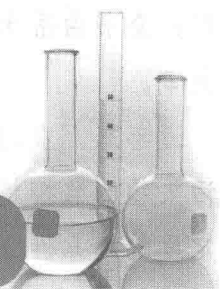
这次修订,注重加强了近年来实践应用方面比较重要的一些内容,比如农药残留测定方法中的色谱质谱联用技术等,使之更加具有新颖性、适用性和针对

性。对方法可靠性等内容，仍尽可能沿用业内的方法标准。由于编者水平所限，这次修订不免有错误、遗漏的地方，欢迎读者批评和指正。

编 者

2014年6月

第一版前言



20年前,我国著名的农药残留和环境毒理学专家、我的老师樊德方教授主编出版了《农药残留量检测与分析》一书。20年来,该书一直是我国农药残留分析教学和研究中最重要的参考书之一。进入21世纪,随着我国加入世界贸易组织(WTO),一些发达国家对农产品中的农药残留限量做出了极其苛刻的要求,农药残留问题不仅成为我国农产品出口的重要障碍,也突出地成为消费者普遍关注的食品安全问题的重要内容。农药残留问题自20世纪70年代以来,再次受到前所未有的重视和关注。国家科技部启动的“十五”重大专项“食品安全关键技术研究”对农药残留分析设立了专项课题,农业部在全国各省许多市县建立了农药残留检测机构,并正在形成全国范围的农药残留检测体系。在新的形势下,我国急需培养大批切实掌握农药残留分析技术和管理知识的专门人才。但多年来,我国高等院校一直缺少一本《农药残留分析》教材。受农药残留分析界的前辈樊德方先生、陈宗懋先生、钱传范先生和庄无忌先生的鼓励,中国农业出版社胡志江主任的支持,农业部农药检定所查显才所长的支持,特别是还受到科技部“食品安全重大专项”农药残留检测技术课题的支持,我和浙江大学、中国农业大学、华南农业大学等高校以及农业部农药检定所的同行人一道,花费2年时间,编成了这本农药残留分析教材。在此向他们表示衷心的感谢。本教材可供高等院校有关专业本科生或研究生使用,教学中可以根据教学学时和教学要求选择内容。本教材也可以供农业、卫生、食品、环境、化工、贸易等行业从事农药残留分析的技术和管理人员参阅。

全书共分十一章。各章的编写人员为:第一章岳永德;第二章刘丰茂;第三章曾鑫年;第四章范志先、虞云龙、操海群;第五章陆贻通、周培;第六章朱鲁生、范志先、岳永德;第七章何艺兵;第八章刘丰茂、岳永德;第九章花日茂、虞云龙、曾鑫年;第十章朱鲁生;第十一章汤锋;实验部分由花日茂、汤锋等

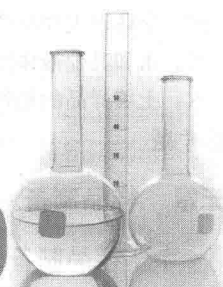
编写；全书由岳永德修改定稿；由浙江大学樊德方教授、中国农业大学钱传范教授主审。

近年来，农药残留分析发展很快，新的分析技术不断出现。随着国际上对痕量污染物的监控越来越严格，对残留分析方法的协同和确认研究，以及方法的不确定度等可靠性分析都显示了十分重要的作用。本教材尽可能地反映本领域当前的进展，但也难免挂一漏万。书中错漏之处，欢迎批评指正，以使本教材能够修改并加以完善。

编 者

2003 年 12 月

目 录



第二版前言

第一版前言

第一章 绪论	1
第一节 农药残留及其毒性	1
一、农药残留的定义	1
二、农药残留的来源	2
三、农药残留毒性	2
第二节 农药残留分析	4
一、农药残留分析的目的和特点	4
二、农药残留分析的方法和程序	4
三、农药残留分析方法的选择	5
第三节 农药残留分析的发展和任务	6
一、农药残留分析的发展	6
二、农药残留分析的任务	7
思考题	8
第二章 农药残留样品的采集	9
第一节 样品的种类	9
一、主观样品和客观样品	9
二、静态样品和动态样品	9
三、实验室样品的分类	10
第二节 取样方法	10
一、农药残留田间试验及取样	10
二、商品取样	15
第三节 样品的包装、记录和储存	15
第四节 样品的预处理	16
一、样品预处理的原则	16
二、粉状物的预处理	17
三、个体较小样品的预处理	17

四、个体较大样品的预处理	17
五、水和其他液体样品的预处理	17
六、土壤样品的预处理	17
思考题	18
第三章 样品制备	19
第一节 样品制备的原理	19
一、分子的极性和水溶性	19
二、分配定律	21
三、挥发性和蒸气压	22
第二节 提取	23
一、溶剂提取法	23
二、固相提取法	26
三、强制挥发提取法	31
四、不同样品中残留农药的提取	32
第三节 浓缩	33
一、减压旋转蒸发法	34
二、K-D 浓缩法	34
三、氮吹法	35
第四节 净化	35
一、干扰杂质的性质	36
二、常用净化技术	37
第五节 样品制备新技术	40
一、固相微提取	41
二、快速溶剂提取	44
三、微波辅助提取	45
四、超临界流体提取	45
五、基质固相分散	47
六、单滴微提取	47
七、凝胶渗透色谱	49
第六节 样品制备效果的确认	50
思考题	50
第四章 农药残留分析的质量控制	51
第一节 农药残留分析实验室的基础条件	51
一、试剂要求	51
二、实验室的环境条件	53
三、人员要求	54
四、管理规定	54
第二节 农药标准物质	55
一、农药标准物质概述	56
二、农药标准物质的常用制备方法	59

三、农药标准物质的常用鉴定方法	64
四、常用的农药标准物质定值方法	66
五、农药标准物质的制备和鉴定实例	66
第三节 农药残留分析方法的可靠性	73
一、农药残留分析方法的灵敏度	73
二、农药残留分析方法的准确度	73
三、农药残留分析方法的精密度	73
四、农药残留分析方法的专一性	74
五、农药残留分析校准曲线	75
第四节 农药残留分析重要环节的质量控制	75
一、样品运输及储存	75
二、农药标准物质与标准溶液配制	76
三、防止实验室污染和干扰	76
四、减少提取和浓缩过程的残留农药损失	76
五、回收率测定与校准	77
第五节 农药残留分析结果的表达与数据处理	78
一、农药残留分析结果的记录和取舍	78
二、真值和平均值	80
三、异常数据的取舍	82
四、测定结果的整理	83
第六节 农药残留试验良好实验室规范	87
一、良好实验室规范的基本概念	87
二、农药残留试验良好实验室规范的基本内容	87
思考题	89
第五章 农药残留测定方法	90
第一节 气相色谱法	90
一、气相色谱法概述	90
二、气相色谱法的基本原理	91
三、色谱柱	97
四、检测器	103
五、气相色谱法的定性分析与定量分析	107
第二节 高效液相色谱法	109
一、高效液相色谱法概述	109
二、流动相和固定相	117
三、色谱柱	125
四、检测器	126
五、超高效液相色谱法	132
六、高效液相色谱仪的日常维护	134
七、高效液相色谱法的定性分析与定量分析	135
第三节 高效薄层色谱法	136
一、高效薄层色谱法概述	136

二、高效薄层色谱法的原理	138
三、固定相的选择与薄层制备	140
四、点样	142
五、流动相的选择与色谱展开	143
六、定位	147
七、高效薄层色谱法的定性分析	148
八、高效薄层色谱法的定量分析	149
第四节 色谱质谱联用技术	150
一、质谱的基本知识	150
二、气相色谱质谱联用仪	175
三、液相色谱质谱联用仪	178
四、色谱质谱联用技术在农药残留分析中的应用	179
第五节 其他测定方法	188
一、超临界流体色谱法	188
二、高效毛细管电泳法	191
三、离子色谱法	194
四、农药残留活体生物测定法	195
思考题	195
第六章 农药残留的酶活性抑制与免疫分析技术	197
第一节 酶活性抑制分析法	197
一、酶活性抑制分析法概述	197
二、酶活性抑制分析法原理	198
三、酶源的选择与酶的制备	199
四、酶的纯化与保存	200
五、底物和显色剂	200
六、酶活性抑制法中的样品制备	202
七、酶活性抑制分析的检测方法	203
八、酶活性抑制分析法存在的问题	206
第二节 免疫分析法	207
一、免疫分析基础	207
二、免疫分析方法类型	214
三、农药免疫分析技术的建立与应用	223
四、农药免疫分析技术的发展趋势	234
第三节 免疫亲和色谱与分子印迹技术	236
一、免疫亲和色谱	236
二、分子印迹技术	240
思考题	241
第七章 农药多残留分析	243
第一节 农药多残留分析概述	243
第二节 农药多类多残留方法	244

一、美国食品药品监督管理局的农药多类多残留方法	244
二、德国 DFG S19 法	251
三、QuEChERS 法	256
四、蔬菜和水果中 51 种农药多残留的测定方法	260
第三节 农药选择性多残留方法	263
一、氨基甲酸酯类杀虫剂多残留分析方法	263
二、苯脲类除草剂多残留分析	269
三、苯并咪唑类杀菌剂的多残留分析	272
第四节 农药多残留分析的确证	274
一、农药确证的定义	274
二、农药确证的方法	275
思考题	279
第八章 杀虫剂残留分析	280
第一节 有机氯杀虫剂残留分析	280
一、有机氯杀虫剂概述	280
二、有机氯杀虫剂残留分析的特点	280
三、不同基质样品中硫丹的残留分析	282
第二节 有机磷杀虫剂残留分析	284
一、有机磷杀虫剂概述	284
二、有机磷杀虫剂残留分析的特点	285
三、毒死蜱的残留分析	287
四、食品中甲胺磷和乙酰甲胺磷农药的残留分析	288
第三节 拟除虫菊酯杀虫剂残留分析	289
一、拟除虫菊酯杀虫剂概述	289
二、氰戊菊酯的残留分析	290
第四节 氨基甲酸酯杀虫剂残留分析	292
一、氨基甲酸酯杀虫剂概述	292
二、氨基甲酸酯杀虫剂残留分析的特点	293
三、稻米、稻秆、土壤及田水中克百威的残留分析	297
第五节 其他含氮杀虫剂残留分析	299
一、其他含氮杀虫剂概述	299
二、食品中双甲脒的残留测定	299
三、蜂蜜中杀虫脒及其代谢物的残留分析	300
思考题	301
第九章 杀菌剂残留分析	302
第一节 有机硫杀菌剂残留分析	302
一、乙撑二硫代氨基甲酸盐类杀菌剂残留分析	302
二、二甲基二硫代氨基甲酸盐类杀菌剂残留分析	308
三、三氯甲硫基类杀菌剂残留分析	309
第二节 取代苯类杀菌剂残留分析	310

一、取代苯类杀菌剂概述	310
二、蔬菜和水果中百菌清的残留分析	310
三、百菌清及 4-羟基百菌清的残留分析	310
第三节 有机磷杀菌剂残留分析	311
一、有机磷杀菌剂概述	311
二、敌瘟磷的残留分析	312
第四节 杂环类杀菌剂残留分析	313
一、杂环类杀菌剂概述	313
二、甲霜灵的残留分析	314
三、乙烯菌核利的残留分析	315
四、异菌脲的残留分析	316
五、氯苯嘧啶醇的残留分析	316
六、多菌灵的残留分析	317
七、戊菌隆的残留分析	318
八、三唑酮的残留分析	318
九、丙环唑的残留分析	319
十、戊唑醇的残留分析	320
十一、腈苯唑的残留分析	320
十二、三环唑的残留分析	321
十三、啉菌酯的残留分析	322
十四、啉霉胺的残留分析	322
十五、烯酰吗啉的残留分析	323
思考题	324
第十章 除草剂残留量分析	325
第一节 苯氧羧酸类除草剂残留分析	325
一、苯氧羧酸类除草剂概述	325
二、喹禾灵在棉籽、植株及土壤中的残留分析	325
第二节 二苯基醚类除草剂残留分析	326
一、二苯基醚类除草剂概述	326
二、除草醚的残留分析	327
三、三氟羧草醚在大豆、植株及土壤中的残留分析	328
第三节 酰胺类除草剂残留分析	329
一、酰胺类除草剂概述	329
二、乙草胺在大豆中的残留分析	329
三、乙草胺在土壤中的残留分析	330
第四节 苯脲类除草剂残留分析	331
一、苯脲类除草剂概述	331
二、伏草隆在棉籽和土壤中的残留分析	331
第五节 磺酰脲类除草剂残留分析	332
一、磺酰脲类除草剂概述	332
二、甲磺隆在稻米、稻秆和稻壳中的残留分析	332

三、苄嘧磺隆在大米中的残留分析	333
第六节 三氮苯类除草剂残留分析	334
一、三氮苯类除草剂概述	334
二、莠灭津在甘蔗和土壤中的残留分析	334
第七节 环状亚胺类除草剂残留分析	335
一、环状亚胺类除草剂概述	335
二、恶草酮在稻米、稻秆和稻壳中的残留分析	335
三、恶草酮在土壤和花生中的残留分析	336
四、氟烯草酸在大豆和土壤中的残留分析	337
第八节 其他除草剂残留分析	337
一、咪草烟在大豆和土壤中的残留分析	337
二、二氯喹啉酸在稻米、稻秆、土壤和田水中的残留分析（一）	338
三、二氯喹啉酸在稻米、稻秆、稻壳、土壤和田水中的残留分析（二）	339
四、氟乐灵在玉米、植株及土壤中的残留分析	340
五、灭草松在小麦和土壤中的残留分析	341
思考题	343
第十一章 农药残留法规与管理	344
第一节 农药残留管理法规	344
一、美国农药残留管理法规	345
二、欧洲联盟农药残留管理法规	346
三、日本农药残留管理法规	347
四、我国农药残留管理法规	347
五、我国新农药登记管理中的残留试验要求	349
第二节 农药残留限量标准	351
一、相关定义	351
二、食品法典委员会残留限量的制定	351
三、我国农药残留限量标准制定原则	354
第三节 农药残留的监督监测管理	356
一、农药残留监测的目的和程序	356
二、美国农药残留监测管理	356
三、我国农药残留监测工作	359
第四节 农药残留的风险性评价	360
一、农药残留风险性评价的构成	360
二、农药残留风险性评价的步骤	360
思考题	361
农药残留分析实验	362
实验一 佛罗里硅土的使用和标定——月桂酸值法	362
实验二 农药残留常用提取方法的比较——水果中氟虫脲的残留分析	364
实验三 农药残留常用吸附剂的比较——蔬菜中氟虫脲的残留分析	366
实验四 谷物中六六六残留量测定——索氏抽提法	368

实验五	土壤中莠去津和西玛津残留量的测定——固相萃取法	369
实验六	柑橘中唑螨酯残留的基质固相分散提取	370
实验七	茶叶中拟除虫菊酯类杀虫剂的多残留分析——气相色谱电子捕获 检测器法	372
实验八	蔬菜和水果中有机磷类农药的多残留检测——气相色谱火焰光度 检测器法	374
实验九	蔬菜中多种农药残留的 QuEChERS 法提取	376
实验十	蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留的快速检测	377
主要参考文献		379