



NY

最新

中国农业行业标准

The Latest Agriculture Industry Standard of China

第五辑 ①

农业标准出版研究中心◎编



YZLI0890135012

中国农业出版社

中国农业标准经典收藏系列

最新中国农业行业标准

第五辑

1

农业标准出版研究中心 编



YZLI0890136012

中国农业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

最新中国农业行业标准·第5辑/农业标准出版研究中心编. —北京: 中国农业出版社, 2010. 12
(中国农业标准经典收藏系列)
ISBN 978-7-109-15322-6

I. ①最… II. ①农… III. ①农业—行业标准—汇编
—中国—2010 IV. ①S-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 261199 号



中国农业出版社出版
(北京市朝阳区农展馆北路2号)
(邮政编码 100125)
责任编辑 刘 炜

人民教育出版社印刷厂印刷 新华书店北京发行所发行
2011年1月第1版 2011年1月北京第1次印刷

开本: 880mm×1230mm 1/16 印张: 80.5

字数: 2 353 千字

总定价: 400.00 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

出版说明

为全面提升农产品质量安全水平,进一步推动农业生产标准化工作,我社在 2004—2009 年出版的 1 858 项单行标准的基础上,根据农业标准化生产的需要,组织出版了《中国农业标准经典收藏系列》,包括《最新中国农业行业标准》、《最新中国水产行业标准》和《最新农业部公告国家标准》。

《最新中国农业行业标准》根据年代不同分六辑出版,每一辑按照标准的顺序号从小到大排列。第一辑收录了 2004 年发布的农业行业标准 276 项,共 2 册;第二辑收录了 2005 年发布的农业行业标准 57 项;第三辑收录了 2006 年发布的农业行业标准 444 项,共 4 册;第四辑收录了 2007 年发布的农业行业标准 380 项,共 4 册;第五辑收录了 2008 年发布的农业行业标准 187 项,共 2 册;第六辑收录了 2009 年发布的农业行业标准 168 项,共 2 册。

《最新中国水产行业标准》收录了 2004—2009 年发布的水产行业标准 209 项,共 2 册。

《最新农业部公告国家标准》收录了 2004—2009 年发布的农业部公告国家标准 137 项。

特别声明:

1. 目录中标有 * 表示该标准已经被替代,但考虑到研究和参考比对的需要,也收录其中,请读者在选用标准时注意。

2. 目录中标有 * * 表示因各种原因未能出版。

3. 本汇编所收录标准的发布年代不尽相同,本着尊重原著的原则,除明显差错外,对标准中所涉及的有关量、符号、单位和编写体例均未做统一改动。

4. 从印制工艺的角度考虑,原标准中的彩色部分在此只给出了黑白图片。

本书可供农业生产人员、标准管理干部和科研人员使用,也可供有关农业院校师生参考。

2010 年 12 月

目 录

出版说明

NY/T 761—2008	蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定	1
NY/T 1121.19—2008	土壤检测第 19 部分：土壤水稳性大团聚体组成的测定	33
NY/T 1121.20—2008	土壤检测第 20 部分：土壤微团聚体组成的测定	39
NY/T 1121.21—2008	土壤检测第 21 部分：土壤最大吸湿量的测定	49
NY/T 1154.9—2008	农药室内生物测定试验准则 杀虫剂第 9 部分：喷雾法	53
NY/T 1154.10—2008	农药室内生物测定试验准则 杀虫剂第 10 部分：人工饲料混药法.....	57
NY/T 1154.11—2008	农药室内生物测定试验准则 杀虫剂第 11 部分：稻茎浸渍法	61
NY/T 1154.12—2008	农药室内生物测定试验准则 杀虫剂第 12 部分：叶螨玻片浸渍法.....	65
NY/T 1154.13—2008	农药室内生物测定试验准则 杀虫剂第 13 部分：叶碟喷雾法	69
NY/T 1154.14—2008	农药室内生物测定试验准则 杀虫剂第 14 部分：浸叶法	73
NY/T 1155.9—2008	农药室内生物测定试验准则 除草剂第 9 部分：水田除草剂活性测定试验茎叶喷雾法	77
NY/T 1156.9—2008	农药室内生物测定试验准则 杀菌剂第 9 部分：抑制灰霉病菌试验叶片法	81
NY/T 1156.10—2008	农药室内生物测定试验准则 杀菌剂第 10 部分：防治灰霉病试验盆栽法	85
NY/T 1156.11—2008	农药室内生物测定试验准则 杀菌剂第 11 部分：防治瓜类白粉病试验盆栽法	89
NY/T 1156.12—2008	农药室内生物测定试验准则 杀菌剂第 12 部分：防治晚疫病试验盆栽法	93
NY/T 1156.13—2008	农药室内生物测定试验准则 杀菌剂第 13 部分：抑制晚疫病菌试验叶片法	97
NY/T 1156.14—2008	农药室内生物测定试验准则 杀菌剂第 14 部分：防治瓜类炭疽病试验盆栽法	103
NY/T 1156.15—2008	农药室内生物测定试验准则 杀菌剂第 15 部分：防治麦类叶锈病试验盆栽法	107
NY/T 1156.16—2008	农药室内生物测定试验准则 杀菌剂第 16 部分：抑制细菌生长量试验浑浊度法	113
NY/T 1498—2008	饲料添加剂 蛋氨酸铁	117
NY 1500.13.3~4	1500.31.1~49.2—2008	123
NY/T 1583—2008	莲藕.....	127
NY/T 1584—2008	洋葱等级规格	135
NY/T 1585—2008	芦笋等级规格	141
NY/T 1586—2008	结球甘蓝等级规格	147

NY/T 1587—2008	黄瓜等级规格	153
NY/T 1588—2008	苦瓜等级规格	161
NY/T 1589—2008	香石竹切花种苗等级规格	167
NY/T 1590—2008	满天星切花种苗等级规格	173
NY/T 1591—2008	菊花切花种苗等级规格	179
NY/T 1592—2008	非洲菊切花种苗等级规格	185
NY/T 1593—2008	月季切花种苗等级规格	191
NY/T 1594—2008	水果中总膳食纤维的测定 非酶—重量法	199
NY/T 1595—2008	芝麻中芝麻素含量的测定 高效液相色谱法	203
NY/T 1596—2008	油菜饼粕中异硫氰酸酯的测定 硫脲比色法	207
NY/T 1597—2008	动植物油脂 紫外吸光值的测定	211
NY/T 1598—2008	食用植物油中维生素 E 组分和含量的测定 高效液相色谱法	217
NY/T 1599—2008	大豆热损伤率的测定	223
NY/T 1600—2008	水果、蔬菜及其制品中单宁含量的测定 分光光度法	229
NY/T 1601—2008	水果中辛硫磷残留量的测定 气相色谱法	233
NY/T 1602—2008	植物油中叔丁基羟基茴香醚 (BHA)、2, 6-二叔丁基对甲酚 (BHT) 和特丁基对苯二酚 (TBHQ) 的测定 高效液相色谱法	239
NY/T 1603—2008	蔬菜中溴氰菊酯残留量的测定——气相色谱法	245
NY/T 1604—2008	人参产地环境技术条件	251
NY/T 1605—2008	加工用马铃薯 油炸	257
NY/T 1606—2008	马铃薯种薯生产技术操作规程	267
NY/T 1607—2008	水稻抛秧技术规程	285
NY/T 1608—2008	小麦赤霉病防治技术规范	293
NY/T 1609—2008	水稻条纹叶枯病测报技术规范	297
NY/T 1610—2008	桃小食心虫测报技术规范	311
NY/T 1611—2008	玉米螟测报技术规范	323
NY/T 1612—2008	农作物病虫电视预报节目制作技术规范	343
NY/T 1613—2008	土壤质量重金属测定王水回流消解原子吸收法	349
NY 1614—2008	农田灌溉水中 4-硝基氯苯、2, 4-二硝基氯苯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二辛酯的最大限量	359
NY/T 1615—2008	石灰性土壤交换性盐基及盐基总量的测定	363
NY/T 1616—2008	土壤中 9 种磺酰脲类除草剂残留量的测定液相色谱-质谱法	369
NY/T 1617—2008	农药登记用杀钉螺剂药效试验方法和评价	377
NY/T 1618—2008	鹿茸中氨基酸的测定氨基酸自动分析仪法	383
NY/T 1619—2008	饲料中甜菜碱的测定离子色谱法	391
NY/T 1620—2008	种鸡场孵化厂动物卫生规范	397
NY 1621—2008	兽医通奶针	403
NY 1622—2008	兽医塑钢连续注射器	411
NY/T 1623—2008	兽医运输冷藏箱 (包)	419
NY/T 1624—2008	兽医组织镊、敷料镊	425
NY/T 1625—2008	柞蚕种质量	433
NY/T 1626—2008	柞蚕种放养技术规程	441
NY/T 1627—2008	手扶拖拉机底盘 质量评价技术规程	447

NY/T 1628—2008	玉米免耕播种机 作业质量	453
NY 1629—2008	拖拉机排气烟度限值	461
NY/T 1630—2008	农业机械修理质量标准编写规则	465
NY/T 1631—2008	方草捆打捆机 作业质量	471
NY/T 1632—2008	可燃废料压制机 质量评价技术规范	477
NY/T 1633—2008	微型耕耘机 质量评价技术规范	485
NY/T 1634—2008	耕地地力调查与质量评价技术规程	491
NY/T 1635—2008	水稻工厂化(标准化)育秧设备 试验方法	521
NY/T 1636—2008	高效预制组装架空炕连灶施工工艺流程	547
NY/T 1637—2008	二甲醚民用燃料	557
NY/T 1638—2008	沼气饭锅	565
NY/T 1639—2008	农村沼气“一池三改”技术规范	573
NY/T 1640—2008	农业机械分类	581
NY/T 1641—2008	农业机械质量评价技术规范标准编写规则	593
NY/T 1642—2008	在用背负式机动喷雾机质量评价技术规范	605
NY/T 1643—2008	在用手动喷雾器质量评价技术规范	613
NY 1644—2008	粮食干燥机运行安全技术条件	621
NY/T 1645—2008	谷物联合收割机适用性评价方法	631
NY/T 1646—2008	甘蔗深耕机械 作业质量	643
NY/T 1647—2008	菜心等级规格	649
NY/T 1648—2008	荔枝等级规格	655
NY/T 1649—2008	水果、蔬菜中噻苯咪唑残留量的测定高效液相色谱法	661
NY/T 1650—2008	苹果及山楂制品中展青霉素的测定高效液相色谱法	667
NY/T 1651—2008	蔬菜及制品中番茄红素的测定高效液相色谱法	673
NY/T 1652—2008	蔬菜、水果中克螨特残留量的测定气相色谱法	679
NY/T 1653—2008	蔬菜、水果及制品中矿质元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法	685
NY/T 1654—2008	蔬菜安全生产关键控制技术规程	693
NY/T 1655—2008	蔬菜包装标识通用准则	699
NY/T 1656.1—2008	花卉检验技术规范第1部分:基本规则	703
NY/T 1656.2—2008	花卉检验技术规范第2部分:切花检验	711
NY/T 1656.3—2008	花卉检验技术规范第3部分:盆花检验	723
NY/T 1656.4—2008	花卉检验技术规范第4部分:盆栽观叶植物检验	733
NY/T 1656.5—2008	花卉检验技术规范第5部分:花卉种子检验	737
NY/T 1656.6—2008	花卉检验技术规范第6部分:种苗检验	753
NY/T 1656.7—2008	花卉检验技术规范第7部分:种球检验	759
NY/T 1657—2008	花卉脱毒种苗生产技术规程——香石竹、菊花、兰花、补血草、满天星	765
NY 1658—2008	大通牦牛	775
NY 1659—2008	天祝白牦牛	785
NY/T 1660—2008	鸵鸟种鸟	795
NY/T 1661—2008	乳与乳制品中多氯联苯的测定气相色谱法	803
NY/T 1662—2008	乳与乳制品中1,2-丙二醇的测定气相色谱法	809
NY/T 1663—2008	乳与乳制品中 β -乳球蛋白的测定聚丙烯酰胺凝胶电泳法	815

NY/T 1664—2008	牛乳中黄曲霉毒素 M ₁ 的快速检测双向酶联免疫法	823
NY/T 1665—2008	畜禽饮用水中总大肠菌群和大肠埃希氏菌的测定 酶底物法	827
NY/T 1666—2008	肉制品中苯并 [a] 芘的测定高效液相色谱法	835
NY/T 1667.1—2008	农药登记管理术语第 1 部分: 基本术语	841
NY/T 1667.2—2008	农药登记管理术语第 2 部分: 产品化学	857
NY/T 1667.3—2008	农药登记管理术语第 3 部分: 农药药效	885
NY/T 1667.4—2008	农药登记管理术语第 4 部分: 农药毒理	907
NY/T 1667.5—2008	农药登记管理术语第 5 部分: 环境影响	927
NY/T 1667.6—2008	农药登记管理术语第 6 部分: 农药残留	943
NY/T 1667.7—2008	农药登记管理术语第 7 部分: 农药监督	951
NY/T 1667.8—2008	农药登记管理术语第 8 部分: 农药应用	961
NY/T 1668—2008	农业野生植物原生境保护点建设技术规范	1025
NY/T 1669—2008	农业野生植物调查技术规范	1031
NY/T 1670—2008	猪雌激素受体和卵泡刺激素 β 亚基单倍体型检测技术规程	1047
NY/T 1671—2008	乳及乳制品中共轭亚油酸 (CLA) 含量测定 气相色谱法	1059
NY/T 1672—2008	绵羊多胎主效基因 Fec ^B 分子检测技术规程	1067
NY/T 1673—2008	畜禽微卫星 DNA 遗传多样性检测技术规程	1077
NY/T 1674—2008	牛羊胚胎质量检测技术规程	1105
NY/T 1675—2008	农区草地螟预测预报技术规范	1115
NY/T 1676—2008	食用菌中粗多糖含量的测定	1143
NY/T 1677—2008	破壁灵芝孢子粉破壁率的测定	1149
NY/T 1678—2008	乳与乳制品中蛋白质的测定双缩脲比色法	1155
NY 5003—2008	无公害食品 白菜类蔬菜	1159
NY 5005—2008	无公害食品 茄果类蔬菜	1165
NY 5008—2008	无公害食品 甘蓝类蔬菜	1171
NY 5021—2008	无公害食品 香蕉	1177
NY 5027—2008	无公害食品 畜禽饮用水水质	1181
NY 5028—2008	无公害食品 畜禽产品加工用水水质	1187
NY 5029—2008	无公害食品 猪肉	1193
NY 5044—2008	无公害食品 牛肉	1199
NY 5045—2008	无公害食品 生鲜牛乳	1205
NY 5062—2008	无公害食品 扇贝	1215
NY 5068—2008	无公害食品 鳗鲡	1221
NY 5115—2008	无公害食品 稻米	1227
NY 5134—2008	无公害食品 蜂蜜	1233
NY 5147—2008	无公害食品 羊肉	1239
NY 5154—2008	无公害食品 牡蛎	1245
NY 5162—2008	无公害食品 海水蟹	1251
NY 5164—2008	无公害食品 乌鳢	1257
NY 5166—2008	无公害食品 鳊	1263
NY 5272—2008	无公害食品 鲈	1269

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 761—2008
代替 NY/T 761—2004

蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯 和氨基甲酸酯类农药多残留的测定

Pesticide multiresidue screen methods for determination of organophosphorus
pesticides, organochlorine pesticides, pyrethroid pesticides and
carbamate pesticides in vegetables and fruits

2008-04-30 发布

2008-04-30 实施

前 言

NY/T 761—2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》分为三个部分：

- 第1部分：蔬菜和水果中54种有机磷类农药多残留的测定；
- 第2部分：蔬菜和水果中41种有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留的测定；
- 第3部分：蔬菜和水果中10种氨基甲酸酯类农药及其代谢物多残留的测定。

本部分为NY/T 761的第1部分。

本标准代替NY/T 761—2004《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留检测方法》。

本标准与NY/T 761—2004相比主要修改如下：

- 将标准名称由《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留检测方法》改为《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》。
- 增加了49种农药，对农药重新进行了分组，重新给出方法检出限；
- 增加规范性引用文件；
- 原标准精密度数据用方法回收率及相对标准偏差表示改为按GB/T 6379.2规定的确定精密度方法表示。

本部分的附录A为资料性附录。

本部分由中华人民共和国农业部提出。

本部分起草单位：农业部环境质量监督检验测试中心(天津)、农业部环境保护科研监测所。

本部分主要起草人：刘潇威、买光熙、李凌云、李卫建、王璐、吕俊岗、刘凤枝、刘长武、王一茹。

蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯 和氨基甲酸酯类农药多残留的测定

第1部分:蔬菜和水果中有机磷类农药多残留的测定

方 法 一

1 范围

本部分规定了蔬菜和水果中敌敌畏、甲拌磷、乐果、对氧磷、对硫磷、甲基对硫磷、杀螟硫磷、异柳磷、乙硫磷、啶硫磷、伏杀硫磷、敌百虫、氧乐果、磷胺、甲基嘧啶磷、马拉硫磷、辛硫磷、亚胺硫磷、甲胺磷、二嗪磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、倍硫磷、杀扑磷、乙酰甲胺磷、胺丙畏、久效磷、百治磷、苯硫磷、地虫硫磷、速灭磷、皮蝇磷、治螟磷、三唑磷、硫环磷、甲基硫环磷、益棉磷、保棉磷、蝇毒磷、地毒磷、灭茵磷、乙拌磷、除线磷、嘧啶磷、溴硫磷、乙基溴硫磷、丙溴磷、二溴磷、吡菌磷、特丁硫磷、水胺硫磷、灭线磷、伐灭磷、杀虫畏 54 种有机磷类农药多残留气相色谱的检测方法。

本部分适用于蔬菜和水果中上述 54 种农药残留量的检测。

本方法检出限为:0.01 mg/kg~0.3 mg/kg(参见附录 A)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用本标准。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

GB/T 8855 新鲜水果和蔬菜的取样方法(GB/T 8855—1988,eqv ISO 874:1980)

3 原理

试样中有机磷类农药经乙腈提取,提取溶液经过滤、浓缩后,用丙酮定容,用双自动进样器同时注入气相色谱仪的两个进样口,农药组分经不同极性的两根毛细管柱分离,火焰光度检测器(FPD 磷滤光片)检测。用双柱的保留时间定性,外标法定量。

4 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的至少二级的水。

4.1 乙腈。

4.2 丙酮,重蒸。

4.3 氯化钠,140℃烘烤 4 h。

4.4 滤膜,0.2 μm,有机溶剂膜。

4.5 铝箔。

4.6 农药标准品见表 1。

表 1 54 种有机磷农药标准品

序号	中文名	英文名	纯度	溶剂	组别
1	敌敌畏	dichlorvos	≥96%	丙酮	I
2	乙酰甲胺磷	acephate	≥96%	丙酮	I
3	百治磷	dicrotophos	≥96%	丙酮	I
4	乙拌磷	disulfoton	≥96%	丙酮	I
5	乐果	dimethoate	≥96%	丙酮	I
6	甲基对硫磷	parathion-methyl	≥96%	丙酮	I
7	毒死蜱	chlorpyrifos	≥96%	丙酮	I
8	嘧啶磷	pirimiphos-ethyl	≥96%	丙酮	I
9	倍硫磷	fenthion	≥96%	丙酮	I
10	辛硫磷	phoxim	≥96%	丙酮	I
11	灭菌磷	ditalimfos	≥96%	丙酮	I
12	三唑磷	triazophos	≥96%	丙酮	I
13	亚胺硫磷	phosmet	≥96%	丙酮	I
14	敌百虫	trichlorfon	≥96%	丙酮	II
15	灭线磷	ethoprophos	≥96%	丙酮	II
16	甲拌磷	phorate	≥96%	丙酮	II
17	氧乐果	omethoate	≥96%	丙酮	II
18	二嗪磷	diazinon	≥96%	丙酮	II
19	地虫硫磷	fonofos	≥96%	丙酮	II
20	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	≥96%	丙酮	II
21	对氧磷	paraoxon	≥96%	丙酮	II
22	杀螟硫磷	fenitrothion	≥96%	丙酮	II
23	溴硫磷	bromophos	≥96%	丙酮	II
24	乙基溴硫磷	bromophos-ethyl	≥96%	丙酮	II
25	丙溴磷	profenofos	≥96%	丙酮	II
26	乙硫磷	ethion	≥96%	丙酮	II
27	吡菌磷	pyrazophos	≥96%	丙酮	II
28	蝇毒磷	coumaphos	≥96%	丙酮	II
29	甲胺磷	methamidophos	≥96%	丙酮	III
30	治螟磷	sulfotep	≥96%	丙酮	III
31	特丁硫磷	terbufos	≥96%	丙酮	III
32	久效磷	monocrotophos	≥96%	丙酮	III
33	除线磷	dichlofenthion	≥96%	丙酮	III
34	皮蝇磷	fenchlorphos	≥96%	丙酮	III
35	甲基嘧啶硫磷	pirimiphos-methyl	≥96%	丙酮	III
36	对硫磷	parathion	≥96%	丙酮	III
37	异柳磷	isofenphos	≥96%	丙酮	III
38	杀扑磷	methidathion	≥96%	丙酮	III
39	甲基硫环磷	phosfolan-methyl	≥96%	丙酮	III
40	伐灭磷	famphur	≥96%	丙酮	III
41	伏杀硫磷	phosalone	≥96%	丙酮	III
42	益棉磷	azinphos-ethyl	≥96%	丙酮	III
43	二溴磷	naled	≥96%	丙酮	IV
44	速灭磷	mevinphos	≥96%	丙酮	IV
45	胺丙畏	propetamphos	≥96%	丙酮	IV
46	磷胺	phosphamidon	≥96%	丙酮	IV
47	地毒磷	trichloronate	≥96%	丙酮	IV

表 1 (续)

序号	中文名	英文名	纯度	溶剂	组别
48	马拉硫磷	malathion	≥96%	丙酮	IV
49	水胺硫磷	isocarbophos	≥96%	丙酮	IV
50	喹硫磷	quinalphos	≥96%	丙酮	IV
51	杀虫畏	tetrachlorvinphos	≥96%	丙酮	IV
52	硫环磷	phosfolan	≥96%	丙酮	IV
53	苯硫磷	EPN	≥96%	丙酮	IV
54	保棉磷	azinphos-methyl	≥96%	丙酮	IV

4.7 农药标准溶液配制

4.7.1 单一农药标准溶液

准确称取一定量(精确至 0.1 mg)某农药标准品,用丙酮做溶剂,逐一配制成 1 000 mg/L 的单一农药标准储备液,贮存在-18℃以下冰箱中。使用时根据各农药在对应检测器上的响应值,准确吸取适量的标准储备液,用丙酮稀释配制成所需的标准工作液。

4.7.2 农药混合标准溶液

将 54 种农药分为 4 组,按照表 1 中组别,根据各农药在仪器上的响应值,逐一准确吸取一定体积的同组别的单个农药储备液分别注入同一容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,采用同样方法配制成 4 组农药混合标准储备溶液。使用前用丙酮稀释成所需质量浓度的标准工作液。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪,带有双火焰光度检测器(FPD 磷滤光片),双自动进样器,双分流/不分流进样口。

5.2 分析实验室常用仪器设备。

5.3 食品加工器。

5.4 旋涡混合器。

5.5 匀浆机。

5.6 氮吹仪。

6 分析步骤

6.1 试样制备

按 GB/T 8855 抽取蔬菜、水果样品,取可食部分,经缩分后,将其切碎,充分混匀放入食品加工器粉碎,制成待测样。放入分装容器中,于-20℃~-16℃条件下保存,备用。

6.2 提取

准确称取 25.0 g 试样放入匀浆机中,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 g~7 g 氯化钠的 100 mL 具塞量筒中,收集滤液 40 mL~50 mL,盖上塞子,剧烈震荡 1 min,在室温下静置 30 min,使乙腈相和水相分层。

6.3 净化

从具塞量筒中吸取 10.00 mL 乙腈溶液,放入 150 mL 烧杯中,将烧杯放在 80℃水浴锅上加热,杯内缓缓通入氮气或空气流,蒸发近干,加入 2.0 mL 丙酮,盖上铝箔,备用。

将上述备用液完全转移至 15 mL 刻度离心管中,再用约 3 mL 丙酮分三次冲洗烧杯,并转移至离心管,最后定容至 5.0 mL,在旋涡混合器上混匀,分别移入两个 2 mL 自动进样器样品瓶中,供色谱测定。如定容后的样品溶液过于混浊,应用 0.2 μm 滤膜过滤后再进行测定。

6.4 测定

6.4.1 色谱参考条件

6.4.1.1 色谱柱

预柱:1.0 m,0.53 mm 内径,脱活石英毛细管柱。

两根色谱柱,分别为:

A 柱:50%聚苯基甲基硅氧烷(DB-17 或 HP-50+)¹ 柱,30 m×0.53 mm×1.0 μm,或相当者;

B 柱:100%聚甲基硅氧烷(DB-1 或 HP-1)¹ 柱,30 m×0.53 mm×1.50 μm,或相当者。

6.4.1.2 温度

进样口温度:220℃。

检测器温度:250℃。

柱温:150℃(保持 2 min) $\xrightarrow{8^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 250℃(保持 12 min)。

6.4.1.3 气体及流量

载气:氮气,纯度≥99.999%,流速为 10 mL/min。

燃气:氢气,纯度≥99.999%,流速为 75 mL/min。

助燃气:空气,流速为 100 mL/min。

6.4.1.4 进样方式

不分流进样。样品溶液一式两份,由双自动进样器同时进样。

6.4.2 色谱分析

由自动进样器分别吸取 1.0 μL 标准混合溶液和净化后的样品溶液注入色谱仪中,以双柱保留时间定性,以 A 柱获得的样品溶液峰面积与标准溶液峰面积比较定量。

7 结果表述

7.1 定性分析

双柱测得样品溶液中未知组分的保留时间(RT)分别与标准溶液在同一色谱柱上的保留时间(RT)相比较,如果样品溶液中某组分的一组保留时间与标准溶液中某一农药的一组保留时间相差都在±0.05 min 内的可认定为该农药。

7.2 定量结果计算

试样中被测农药残留量以质量分数 w 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算。

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

式中:

ρ ——标准溶液中农药的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

A ——样品溶液中被测农药的峰面积;

A_s ——农药标准溶液中被测农药的峰面积;

V_1 ——提取溶剂总体积,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 ——试样的质量,单位为克(g)。

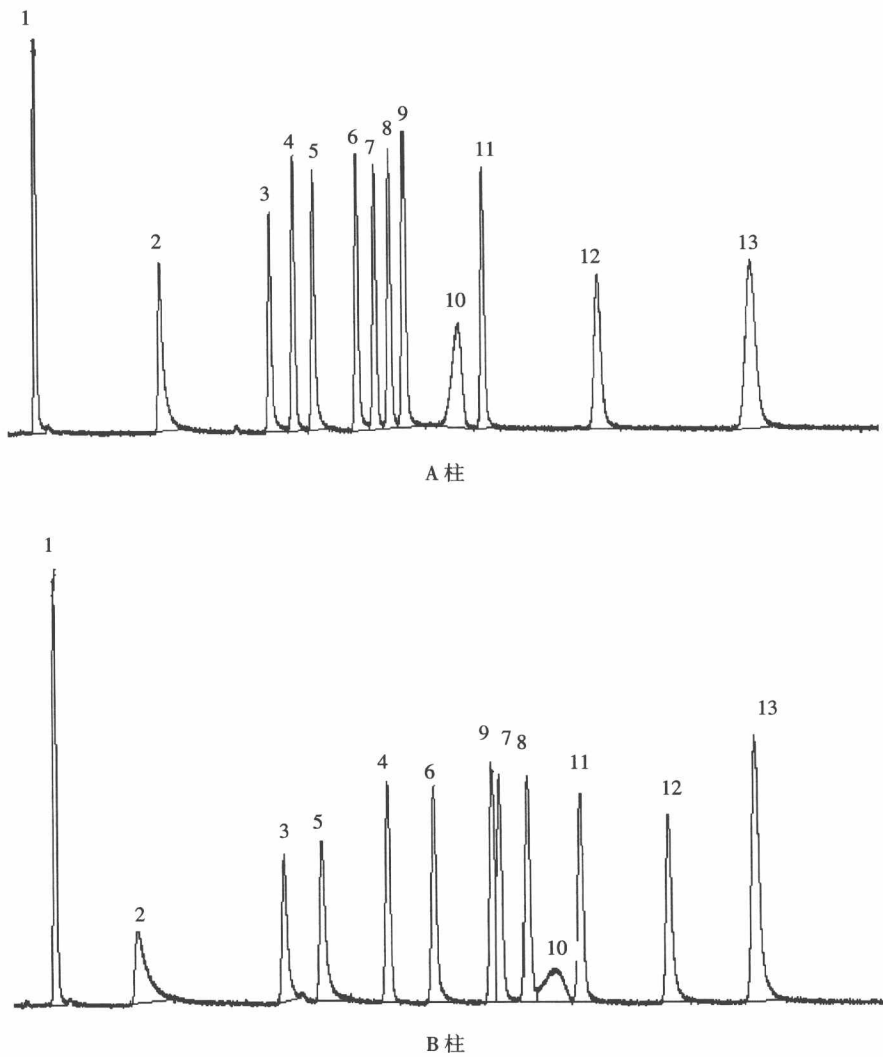
计算结果保留两位有效数字,当结果大于 1 mg/kg 时保留三位有效数字。

8 精密度

本标准精密度数据是按照 GB/T 6379.2 规定确定,获得重复性和再现性的值以 95%的可信度来计算,本方法的精密度数据参见附录 A。

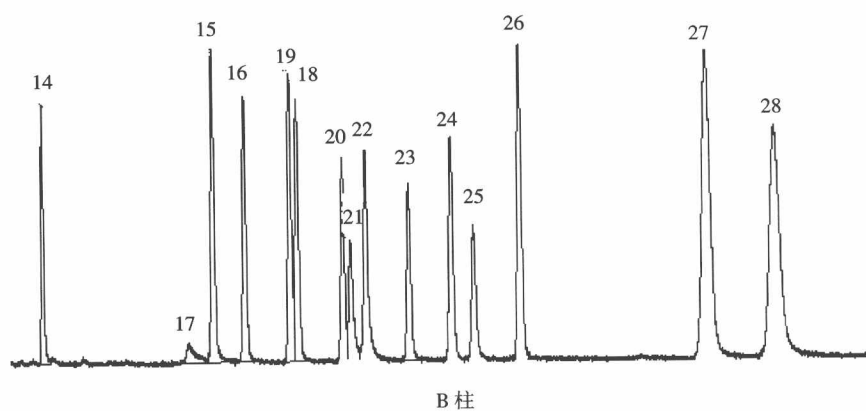
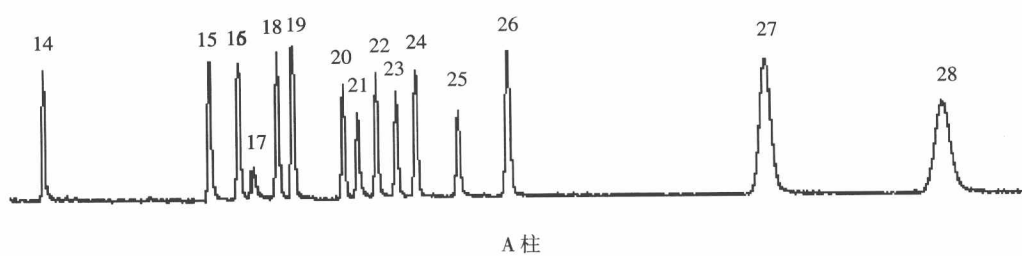
9 色谱图

色谱图见图 1～图 4。



- | | |
|-----------|-----------|
| 1——敌敌畏； | 8——嘧啶磷； |
| 2——乙酰甲胺磷； | 9——倍硫磷； |
| 3——百治磷； | 10——辛硫磷； |
| 4——乙拌磷； | 11——灭菌磷； |
| 5——乐果； | 12——三唑磷； |
| 6——甲基对硫磷； | 13——亚胺硫磷。 |
| 7——毒死蜱； | |

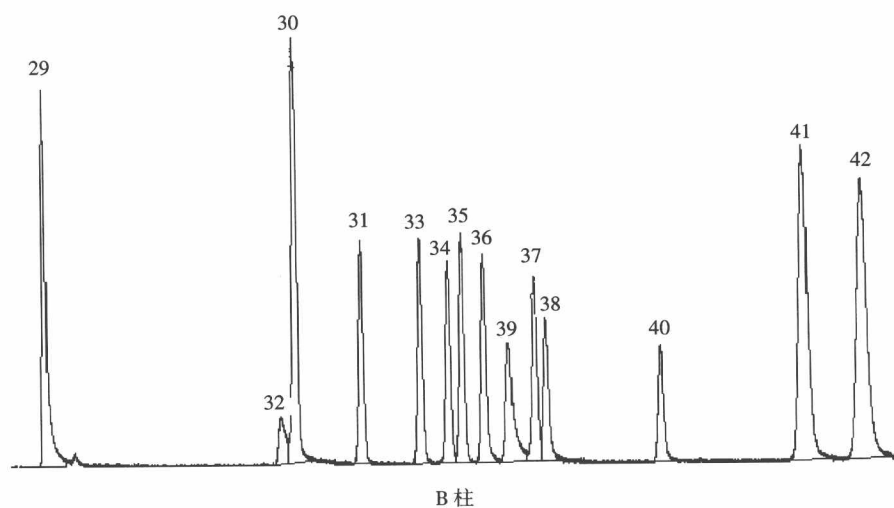
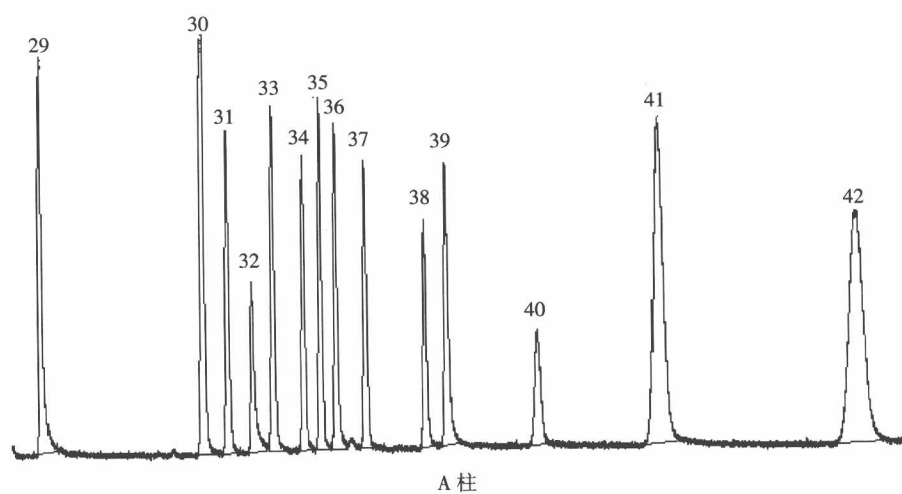
图 1 第 I 组有机磷农药标准溶液



14——敌百虫；
15——灭线磷；
16——甲拌磷；
17——氧乐果；
18——二嗪磷；
19——地虫硫磷；
20——甲基毒死蜱；
21——对氧磷；

22——杀螟硫磷；
23——溴硫磷；
24——乙基溴硫磷；
25——丙溴磷；
26——乙硫磷；
27——吡菌磷；
28——蝇毒磷。

图 2 第Ⅱ组有机磷农药标准溶液



29——甲胺磷；
 30——治螟磷；
 31——特丁硫磷；
 32——久效磷；
 33——除线磷；
 34——皮蝇磷；
 35——甲基嘧啶磷；

36——对硫磷；
 37——异柳磷；
 38——杀扑磷；
 39——甲基硫环磷；
 40——伐灭磷；
 41——伏杀硫磷；
 42——益棉磷。

图3 第Ⅲ组有机磷农药标准溶液