



FDA—PAM
美国食品药品监督管理局

农药残留量
分析手册

国家商检局 FDA—PAM 编译组编译

湖南科学技术出版社

FDA—PAM

美国食品药品监督管理局

农药残留量分析手册

主 编 邵俊杰

副主编 聂洪勇 叶永茂

湖南科学技术出版社

农药残留量分析手册

国家商检局FDA—PAM编译组编译

责任编辑：刘奇琰

*

湖南科学技术出版社出版发行

(长沙市展览馆路8号)

湖南省新华书店经销 湖南省新华印刷二厂印刷

*

1980年5月第1版第1次印刷

开本：850×1168毫米 1/32 印张：24.25 字数：830,000

印数：1—1,300

ISBN 7—5357—0657—6

S·91 定价：14.50元

地科89—42

序

值此农药残留量分析手册(PAM)中译本即将在中国出版之际,我仅代表美国食品药品监督管理局(FDA)向中华人民共和国国家商检局(SACI)表示我诚挚、愉快的祝愿。农药残留量分析手册不仅为FDA的科学家们使用,而且世界上许多科学家都用它作为鉴定检测食品中农药残留量的权威方法。

一个重视本国全体消费者健康和生命的政府,都把分析食品中农药残留量的工作作为它的一项重要职责。因此,为了这一目的,中国商检选用了FDA的农药残留量分析手册并将其翻译成中文,对此我感到很荣幸。该手册的翻译是一件艰巨、复杂的工作。这表明了中华人民共和国国家商检局在保护公众健康和确保公平贸易中,严肃认真地履行着它的职责。

美国食品药品监督管理局
农药分析手册编委会主席



1989.9.

前 言

随着当代科学技术的发展,人类不断研制、生产和使用了大量的各种类型的化学农药,与危害农作物的灾害进行斗争。农药的使用,一方面保证了农作物的高产丰收;另一方面,某些残留在农作物及食品中的农药给人们的健康带来危害,引起国际社会对食品卫生和安全性的普遍关注。各进口国对食品中农药残留规定了严格的限量标准。国际农残法典委员会规定了农药残留量检验方法标准。为了适应我国对外贸易发展的需要,为进出口商品检验、外贸合同的签订及国内食品品质控制和等同等效采用国际及国外先进标准提供依据,在**郑子厚**教授的倡导下,我们编译了FDA-PAM手册。

FDA-PAM系由美国食品药品监督管理局编辑,是国际上很有权威的农药残留量分析手册。该手册中的方法经美国食品药品监督管理局、美国国家环保局(EPA)及其他机构多个实验室的验证和使用,方法可靠,仪器在各国的通用性强,可适用于各种分析实验室。国际农残法典委员会(CAC)将其推荐为国际上主要使用的分析方法。在编译该手册时,我们本着实用的原则,采用了编译方案,并对第二卷的编排作了较大的变动,由原书以英文字母顺序排列,改为分类编排,以便读者查阅。

手册编译过程中,国家商检局副局长兼总工程师吕保英同志一直给予极大关怀和具体指导,浙江商检局领导给予全力支持和资助,在此特意表示诚挚的谢意!

手册编译组由组长富恩承、副组长王利民负责。邵俊杰同志任主编,聂洪勇、叶永茂同志任副主编。参加编译组的还有沈力生、梁伟大、许晓郁、张军、田继军等同志。参加审稿的有赵英修、曹达仁同志。周亚西、袁琼绮、付雪夫、蔡则慈、张壮年同志参加整理工作。

本书虽经多次审校,但因水平有限、时间紧迫,谬误之处难免,恳请批评指正。

编译者

一九八九年九月

简 介

由美国食品与药物管理局(FDA)编纂的《农药残留量分析手册》是一部分析方法汇编,所编入的方法,都是FDA各实验室用以检验食品中农残的分析方法。按照联邦食品、药物和化妆品大法,FDA严格根据环保局(EPA)规定的药物允许剂量,执行食品或饲料中的农残允许剂量。FDA还执行着一些监测计划,来掌握食品和动物饲料中农残的范围和相应的问题或情况。

农药残留量分析手册按分析方法的范畴进行编排。第一卷提供了详细的多农残分析方法,用于分析那些还不知道如何处理的样品。第二卷中的分析方法,是为分析单种农药商品而设计的(某些方法也能够测定几种相关的化合物)。当所测定的农残是已知的,或者当农残不能用第一卷的方法来测定时,第二卷中的方法就经常被使用。

第一卷中的方法分章进行了描述。第一章专门讲述了一种实验操作过程,它们都是许多农残分析方法中的典型实验操作过程(如提取与净化、气-液色谱、确证等)。第一卷的表格介绍了哪些化学品已用多农残法进行测试过,以及这些化学品在各种测试方法条件下的行为。这些表格足够使第一卷的使用者鉴别试样中的残留物,还可用来查明是否有一种多农残分析法适合用于测定某一特定农残。第一卷中的多农残分析方法,是FDA农残监测计划中最经常使用的方法,而且已被很多实验证明是行之有效的,已列入FDA各实验室质量保证计划中。其中一些被美国公职分析化学家协会(AOAC)称之为“官方的”指定方法。

第二卷中的分析方法,全部是针对在食品和饲料中规定了允许剂量的那些农药,并由FDA和EPA共同负责搜集编辑。农药名称都是第40卷联邦法规大全第180节农残允许剂量中使用的名称。第二卷中的方法,一般是为测定单个农药残留,或者是为测定一种农残及其代谢物而设计的。在某些情况下,这要涉及将全部残留物转变为一种单一产物的化学反应(如母体农药转变成其代谢物),然后再进行测定。凡是有药物允许剂量的每种商品,都可在第二卷中找到可用的分析方法。凡是可以一种方法进行分析的各种农药,

都连同该分析方法一起列举出来。但是有些没有列举出来的农药,也常常可以使用这里的方法,参照第一卷的方法,选择适当的步骤。第二卷中所列入的大多数方法,都是申请作为联邦食品、药物和化妆品大法第408节农残允许量的分析方法。它们的有效性和可靠程度,体现在第二卷的方法编号中:用罗马字“I”、“II”等标记的方法,通常是从申请者那儿收集到的,并经过了环保局或食品和药物管理局的实验验证。每种方法的验证结果,一般都安排在“环保局说明”(EPA Comments)中,紧附在分析方法之后。在某些情况下,这些说明指出了需要作些什么修改,能够使分析方法得到更成功的应用。所以,在试图使用这些方法之前,很有必要阅读一下这些说明。用字母“A”、“B”等标明的方法,通常也是申请者的方法,但是通常没有经过联邦实验室间的验证与研究。它们也许受到某一方面或多方面的限制,故在应用时,要求更加小心。这些方法适合作确证分析方法。

农药残留量分析手册是为那些搞痕量残留分析经验丰富的分析化学工作者使用而设计的。由于所采用的全部技术受到来自试剂、设备、容器、污染的空气、个人操作技能等各方面的干扰,因此,分析者很有必要使用其它一些技术测定分析物的理化性质,以确证分析结果。任何有经验的农残分析工作者都知道,在别的实验室行之有效的分析方法,在自己的实验室不一定同样行之有效。在将某一分析方法应用到某一特定情况时,应当通过方法实验对所引用的方法进行修改。方法实验包括对试剂和样品空白的检验,加标样品回收率的测量等。

(王嘉瑞译)

目 录

第一卷 多种残留物分析方法	(1)
第一章 概论	(3)
110 仪器	(3)
111 制备和提取	(3)
112 净化	(4)
112A 凝胶色谱法	(5)
113 扫集共蒸馏	(5)
114 蒸发	(5)
115 气相色谱法	(7)
116 薄层色谱法	(8)
117 从有机氯农药中分离多氯联苯	(8)
118 有机氯农药残留物的极限提取	(8)
119 确证试验	(9)
120 试剂	(9)
121 提取—净化—蒸发—辅助方法	(9)
122 气相色谱法	(13)
123 薄层色谱法	(14)
130 标准样品	(15)
131 准确度要求	(15)
132 标准样品的转移	(15)
133 标准溶液	(15)
140 试样	(17)
141 试样制备	(17)
142 试样混合	(23)
143 报告分析结果	(27)
150 一般的分析技术	(29)

160	分析流程	(30)
第二章 提取和净化(33)		
201	提取和净化步骤中农药和其他化学物质的回收率	(33)
202	食品和饲料水分、脂肪和糖的近似百分率	(65)
210	有机氯农药残留物(非离子型)	(78)
211	脂肪性食品的一般方法	(78)
212	非脂肪性食品的一般方法	(86)
220	有机氯农药残留物(离子型)	(91)
221	测定氯苯氧酸类及五氯苯酚的一般方法	(91)
222	测定非脂肪食品中氯苯氧酸的一般方法	(99)
230	有机磷农药残留物	(100)
231	脂肪食品的一般方法	(100)
232	非脂肪食品的一般方法	(101)
240	有机氮农药残留物	(110)
241	脂肪食品的一般方法	(110)
242	非脂肪食品的一般方法	(110)
250	辅助方法和技术	(114)
251	从有机氯农药中分离某些多氯联苯	(114)
252	弗罗里硅土柱的代换洗脱系统	(119)
253	有机氯农药残留物的极限提取法	(121)
第三章 气液色谱法(定量测定)(125)		
300	气液色谱法在农残分析中的应用	(125)
301	气相色谱柱	(136)
310	检测器	(140)
311	电子俘获(EC)检测器	(140)
312	微库仑检测器(MCD)	(146)
313	氯化钾热离子检测器(KCITD)	(151)
314	火焰光度检测器(FPD)	(157)
315	电导检测器(HECD)	(160)
316	氮磷检测器(N/P)	(164)
320	检测器联用	(166)
321	电子俘获和氯化钾热离子双检测器系统	(168)
330	气液色谱法的参数和数据	(170)
第四章 薄层色谱法(半定量测定)(243)		
410	有机氯残留物(非离子型)	(243)

411	方法I: 有机氯农药, 氧化铝涂层板的单板洗涤, 硝酸银和 α -苯氧乙醇喷雾	(247)
412	方法II: 有机氯农药, 整批 Al_2O_3 洗涤, 加 $AgNO_3$ 的 薄层板	(250)
413	微型载片法	(252)
420	有机氯残留物(离子型)	(253)
421	甲基氯苯氧基酸, 整批洗涤氧化铝, 硝酸银和 α -苯氧乙醇 喷雾	(253)
422	游离氯苯氧基酸, 硅胶板, 硝酸银喷雾	(255)
430	有机磷酸酯残留物	(256)
431	方法I: 应用四溴苯酚酞-硝酸银-柠檬酸喷显剂测定硫代 磷酸酯	(256)
432	方法II: 用P-硝基苄基吡啶和四亚乙基五胺喷雾测定含硫 和不含硫的有机磷酸酯	(259)
第五章 其他测定方法		(262)
510	纸色谱法	(262)
511	20×20cm上行纸色谱常规方法, 有机氯农药的含水和非水 纸色谱系统	(262)
第六章 确证试验		(265)
610	薄层色谱法	(268)
611	用硝酸银测定有机氯残留物(非离子型)	(268)
612	二苯胺- $ZnCl_2$ 法测定有机氯残留物(非离子型)	(268)
613	有机氯残留物(离子型)	(271)
614	有机磷农药	(271)
620	提取P-值	(275)
621	用平衡溶剂测定	(275)
622	用不平衡的溶剂或不等体积溶剂测定提取P-值的装置 和方法	(283)
630	红外光谱技术	(286)
631	红外光谱的微量溴化钾技术	(286)
632	用于红外光谱确证的气相色谱组分收集法	(287)
640	极谱法	(289)
641	测定农药残留的极谱法	(290)
650	衍生化法	(293)
651	化学衍生化法	(294)

652 光衍生化法	(334)
-----------------	-------

第二卷 单个残留物分析方法 (343)

第七章 杀虫剂 (343)

氰化钙	(343)
磷酸钙	(343)
磷酸铜	(343)
磷酸钠	(343)
磷酸镁	(343)
磷酸铅	(344)
氢氰酸	(344)
磷化铝	(345)
磷化镁	(346)
六六六	(346)
林丹	(347)
狄氏剂	(347)
涕滴伊	(347)
滴滴涕	(348)
氯丹	(348)
甲氧滴滴涕	(349)
乙滴滴涕	(349)
七氯	(350)
艾氏剂	(351)
异狄氏剂	(351)
硫丹	(352)
开蓬	(353)
灭蚁灵	(354)
毒杀芬	(354)
西散特	(355)
八甲磷	(355)
特普	(355)
敌百虫	(356)
敌敌畏	(357)
速灭磷	(358)
百治磷	(358)

磷胺.....	(359)
久效磷.....	(360)
毒虫畏.....	(362)
杀虫畏.....	(365)
丁烯磷.....	(367)
二溴磷.....	(368)
对硫磷.....	(370)
甲基对硫磷.....	(371)
苯硫磷.....	(371)
苯溴硝硫磷.....	(371)
皮蝇磷.....	(373)
氯甲硫磷.....	(375)
伐灭硫磷.....	(375)
倍硫磷.....	(376)
毒死蜱.....	(377)
蝇毒磷.....	(379)
二嗪磷.....	(380)
甲基嘧啶磷.....	(381)
内吸磷.....	(381)
虱吸硫磷.....	(381)
Profenofos	(383)
马拉硫磷.....	(385)
乐果.....	(385)
甲拌磷.....	(387)
特丁磷.....	(390)
乙拌磷.....	(392)
乙硫磷.....	(394)
三硫磷.....	(399)
地虫硫磷.....	(402)
保棉磷.....	(404)
伏杀硫磷.....	(405)
亚胺硫磷.....	(406)
氯亚胺硫磷.....	(408)
甲噻硫磷.....	(410)
二噻硫磷.....	(412)

甲胺磷.....	(413)
乙酰甲胺磷.....	(414)
育畜胺磷.....	(415)
异丙胺磷.....	(418)
甲萘威.....	(421)
克百威.....	(422)
灭定威.....	(425)
甲硫威.....	(427)
混戊威.....	(428)
混杀威.....	(434)
涕灭威.....	(436)
灭多威.....	(439)
杀线威.....	(440)
硫双威.....	(440)
除虫菊酯类.....	(442)
丙烯菊酯.....	(443)
氯菊酯.....	(443)
氯氰菊酯.....	(446)
氰戊菊酯.....	(452)
氟氰菊酯.....	(454)
杀虫脒.....	(456)
二苯胺.....	(459)
吩噻嗪.....	(460)
二溴乙烷.....	(460)
环氧乙烷.....	(461)
烟碱.....	(462)
第八章 杀菌剂.....	(464)
硫酸锌.....	(464)
碱式碳酸铜.....	(464)
代森锰.....	(465)
氯代氨基磺酸.....	(466)
代森锌锰.....	(467)
福美铁.....	(467)
代森联.....	(467)
代森锌.....	(467)

福美锰	(467)
福美双	(467)
福美锌	(468)
福美钠	(468)
二硫代氨基甲酸盐	(468)
乙磷铝	(469)
三苯羟基锡	(470)
地茂散	(471)
百菌清	(472)
毒菌酚	(474)
联苯	(475)
氯硝胺	(476)
四氯硝基苯	(477)
五氯硝基苯	(477)
甲基托布津	(478)
甲霜灵	(480)
二氯苯醌	(485)
苯菌灵	(485)
敌菌丹	(487)
噻菌灵	(489)
疏苯噻唑	(491)
氯唑灵	(492)
硫氰苯噻	(493)
果绿定	(493)
十三吗啉	(494)
三唑酮	(495)
脱氢乙酸钠	(495)
敌菌灵	(496)
噻氮灵	(496)
克菌丹	(497)
灭菌丹	(499)
萎锈灵	(501)
依灭菌	(504)
Vinclozolin	(506)
Iprodione	(507)

氯化N,N-二甲基嘧啶	(509)
2,3-二氢-5,6-二甲基-1,4-二噻烷-1,1,4,4-四氧化物	(509)
链霉素	(511)
土霉素	(512)
金霉素	(513)
放线菌酮	(513)
仲丁胺	(515)
四碘乙烯	(516)
多果定	(517)
第九章 除草剂	(518)
氨基磺酸铵	(518)
焦硼酸钠	(518)
亚砷酸钾	(518)
亚砷酸钠	(519)
三氯乙酸钠	(519)
茅草枯	(520)
2,4-滴	(521)
2,4-滴丁酯	(522)
2,4-滴乙基硫酸钠	(522)
禾草灵	(524)
2,4,5-涕丙酸	(525)
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	(525)
4-(2-甲基-4-氯苯氧基)丁酸	(525)
麦草畏	(525)
氯二氯苯酸	(527)
敌草索	(529)
伐草克	(531)
三氯苄氯	(531)
除草醚	(533)
甲酯除草醚	(534)
氟甲消草醚	(535)
乙氧氟甲草醚	(537)
氟甲草醚钠	(537)
敌草腈	(541)
溴草腈	(541)

二硝甲酚.....	(542)
地乐酚.....	(542)
戊二甲乐灵.....	(542)
异丙乐灵.....	(546)
甲氟乐灵.....	(547)
磺胺乐灵.....	(549)
氟乐灵.....	(551)
氯氟乐灵.....	(553)
乙丁氟乐灵.....	(558)
环丙氟乐灵.....	(559)
二乙氟乐胺.....	(560)
丁乐灵.....	(563)
毒草安.....	(565)
甲氧毒草安.....	(567)
烯草安.....	(572)
敌稗.....	(573)
炔敌稗.....	(574)
甲草胺.....	(575)
甘草锁.....	(580)
二甲二苯乙酰胺.....	(583)
毒苯胺.....	(584)
禁丙安.....	(586)
苯氟磺安.....	(590)
抑草生.....	(591)
伏草胺.....	(592)
苯胺灵.....	(595)
氯苯胺灵.....	(595)
燕麦灵.....	(596)
甜菜宁.....	(597)
甜草灵.....	(598)
磺草灵.....	(599)
燕麦敌.....	(601)
野麦畏.....	(603)
灭草猛.....	(603)
乙草丹.....	(603)

丙草丹.....	(601)
异丁草丹.....	(605)
克草丹.....	(606)
环草丹.....	(607)
环己丹.....	(607)
硫烯草丹.....	(608)
杀草丹.....	(608)
伏草隆.....	(611)
灭草隆.....	(611)
敌草隆.....	(611)
茚草隆.....	(612)
利谷隆.....	(613)
秀谷隆.....	(613)
氯秀谷隆.....	(614)
丁噻隆.....	(614)
氯醚隆.....	(616)
西玛津.....	(618)
阿特拉津.....	(620)
特丁津.....	(622)
扑灭津.....	(623)
环丙津.....	(625)
氟草津.....	(628)
另丁通.....	(630)
环己通.....	(632)
莠灭津.....	(633)
扑草津.....	(635)
乙基扑草津.....	(637)
特丁草津.....	(639)
环氨津.....	(640)
绿黄隆.....	(644)
赛克嗉.....	(647)
毒莠定.....	(649)
乙氯草定.....	(653)
氟草除.....	(654)
四氯草定.....	(657)