

中华人民共和国国家标准

烟叶中含氮农药残留量的测定方法

GB/T 13598—92

A method for the determination of agriculture chemical
residues containing nitrogenous in tobacco leaves

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定烟叶中含氮农药残留量的一种方法。

该方法适用于同时测定烟叶中 12 种含氮农药。

含氮农药及测定范围

农药名称	最低检测浓度,mg/kg
甲萘威	0.007
速灭威	0.014
叶蝉散	0.023
仲丁威	0.029
残杀威	0.006
百菌清	0.021
乙嘧硫磷	0.003
M1605	0.002
杀螟松	0.001
E1605	0.001
啶硫磷	0.005
草乃敌	0.020

2 取样

2.1 烟叶取样

2.1.1 数量

取样以检验批为单位,每检验批最多不超过 1 000 件。每批的包装及等级必须是同一的。

50 件以下取 2 件;

51~100 件取 4 件;

101~150 件取 5 件;

151~200 件取 6 件;

200 件以上每增 50 件(不足 50 件按 50 件计)增取 1 件。

2.1.2 方法

国家技术监督局 1992-08-15 批准

1992-09-01 实施

打开1件烟叶的一端,分左、中、右三个部位随机取3点,每件取3把,未扎把者,拣取叶片。所取的烟叶样品装入塑料袋里,密封作为原始样品。

2.2 样品制备

将取回的原始样品全部或随机地取部分切丝,切成宽约1 mm的烟丝,用四分法缩分出均匀样品二份(每份250 g),作实验室样品(试样)供检验和复验。实验室样品必须立即密封并填写标签,注明品名、日期、垛位、报验号、申请单位、取样人。

注:在取样和样品的制备操作中必须注意不使样品受到污染或者发生任何变化,以保证实验室样品能代表这一批总样。

3 测定

3.1 原理以丙酮提取烟叶中残留的含氮农药,用二氯甲烷萃取,经弗罗里哇土活性炭柱净化,然后进行气相色谱仪测定。

3.2 仪器

3.2.1 气相色谱仪并配备下列装置

3.2.1.1 氮磷检测器;

3.2.1.2 玻璃色谱柱 2.1 m(长)×3 mm(内径),色谱柱填充物 2% OV-1 涂渍于 Chromasorb W-AW-DMCS (80~100 目);

3.2.2 K-D 浓缩器或真空旋转浓缩仪;

3.2.3 真空泵;

3.2.4 振荡器;

3.2.5 250 mL 分液漏斗;

3.2.6 抽滤瓶;

3.2.7 层析柱:15 cm(长)×0.5 cm(内径),层析柱底垫少量脱脂棉,自下而上装填弗罗里硅土 6 g,酸洗活性炭 2 g,无水硫酸钠 2 g。

3.3 试剂

3.3.1 二氯甲烷,分析纯,重蒸馏;

3.3.2 丙酮,分析纯,重蒸馏;

3.3.3 石油醚,分析纯,重蒸馏;

3.3.4 乙酸乙酯,分析纯,重蒸馏;

3.3.5 无水硫酸钠,分析纯;

3.3.6 氯化钠,分析纯;

3.3.7 弗罗里硅土,60~100 目,在 650℃活化 2 h,冷后加 5%水脱活;

3.3.8 酸洗活性炭,300 g 活性炭浸入 1 000 mL 浓度为 1 mol/L 盐酸中煮 4 h 后,用蒸馏水洗至无氯离子;

3.3.9 标准农药含量

a. 甲萘威 95%;

b. 速灭威 99%;

c. 叶蝉散 99%;

d. 仲丁威 99%;

e. 残杀威 99%;

f. 百菌清 99%;

g. 乙嘧硫磷 97.7%;

h. M1605 99%;

- i. 杀螟松 98.5%;
- j. E1605 99%;
- k. 啮硫磷 98.2%;
- l. 草乃敌 99%。

3.3.10 标准农药溶液的配制:将上述所列 12 种含氮农药,分别配成浓度 1.0 mg/mL 的贮备液,然后按所需浓度分别吸取适量的各个农药标样,混合定容 100 mL。

3.4 步骤

3.4.1 提取:在 250 mL 锥形瓶中加入 4.0 g 烟丝,再加入 80 mL 丙酮,振荡浸提 20 min 以后抽滤。滤渣二次各用 20 mL 丙酮洗涤后再抽滤,合并滤液于 250 mL 分液漏斗,加入 50 mL 水和 3 g 氯化钠振摇 1 min,待氯化钠溶解,然后用石油醚:二氯甲烷=1:1 的溶液 50 mL 萃取二次,每次振荡 1 min,振荡分层后,收集有机相,于水相中加 25 mL 二氯甲烷,萃取后收集有机相。合并 3 次有机相于干燥的 250 mL 锥形瓶中,加无水硫酸钠 7.5 g 脱水,然后加 1 mL 乙酸乙酯,将有机相倒入真空浓缩旋转仪中于 50℃ 下浓缩至约 2 mL 待净化。

3.4.2 净化:用乙酸乙酯预淋弗罗里硅土-活性炭柱后,将上述浓缩液倒入柱头,用石油醚:乙酸乙酯=2:3(V/V)的溶液淋洗,收集淋洗液 10 mL,浓缩至 2 mL 待测。

3.4.3 气相色谱测定

3.4.3.1 气相色谱仪操作条件

- a. 载气:氮气,40 mL/min;氢气,3.5 mL/min;空气,150 mL/min。
- b. 柱温:170~200℃,当柱温达 170℃以后每分钟升高 2℃。
- c. 进样口温度:280℃。
- d. 检测器温度:280℃。

3.4.3.2 准确地取上述净化液的浓缩液稀释,同时选择与样液中农药含量情况相近的工作标准溶液进行气相色谱测定。

注:① 各种农药出峰顺序:

甲萘威、速灭威、叶蝉散、仲丁威、残灭威、百菌清、乙噻硫磷、M1605、杀螟松、E1605、啮硫磷、草乃敌。

② 实际使用的工作标准液及待测液中各农药组分的响应值均应在仪器检测的线性范围以内,样液测定过程中要参插注入工作标准溶液以检查检测器的灵敏度。

3.4.4 空白试验:按上述操作条件进行。

4 结果的表示

4.1 计算方法和公式:采用外标法用峰高或峰面积定量,用微处理机按适当程序计算各种农药残留量。也可按下式分别计算:

$$C_x = \frac{K_x \cdot C_s \cdot Q_s \cdot V_x}{K_s \cdot W \cdot Q_x}$$

式中: C_x ——样品中农药含量,mg/kg;

K_x ——样品峰高或峰面积,mm 或 mm²;

C_s ——标准农药溶液浓度,mg/kg;

Q_s ——标准农药溶液进样量,μL;

V_x ——样品定容体积,mL;

K_s ——标准农药溶液峰高或峰面积,mm 或 mm²;

W ——样品称样重量,g;

Q_x ——样品的进样量,μL。

计算结果需将空白值扣除。

4.2 重现性

由同一分析者,使用同一实验室同样设备按 3.4.1 条规定的条件重复试验样品所得的数据,并按 4.1 条所规定的方法和公式计算每种杀虫剂残留量的值。如平均值等于或大于 0.001 mg,则各测定值之间误差不得超过平均值 10%,如含量少于 0.001 mg,则不得超过平均值的 20%。如达不到这样的要求,则结果无效。

4.3 平均值

按 4.1 条所述计算每种杀虫剂残留量的重复结果,如符合 4.2 条的要求,则求出相应的平均值。

平均值以 mg/kg 表示,精确到小数点后 4 位。

5 试验报告

试验报告要表示出所用的方法和获得结果。它必须表明,所鉴定的每个杀虫剂残留量的数量。还要说明本标准中未规定的操作条件和可能影响结果的环境条件。报告应包括完整的样品鉴定所需的全部详细内容。

附加说明:

本标准由中国烟草总公司提出。

本标准由中国农科院负责起草。

本标准主要起草人吕静、李伟格、张乔、王宝华。