

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1680—2009

蔬菜水果中多菌灵等4种苯并咪唑类 农药残留量的测定 高效液相色谱法

Determination of carbendazim and other 3 benzimidazoles in
vegetable and fruit by HPLC

2009-03-09 发布

2009-05-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：中国水稻研究所、农业部稻米及制品质量监督检验测试中心。

本标准主要起草人：牟仁祥、陈铭学、曹赵云、金连登、朱智伟、章林平、陈能。

蔬菜水果中多菌灵等 4 种苯并咪唑类 农药残留量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用反相离子对高效液相色谱法测定蔬菜、水果中多菌灵、噻菌灵、甲基硫菌灵和 2-氨基苯并咪唑残留量的方法。

本标准适用于蔬菜、水果中多菌灵、噻菌灵、甲基硫菌灵和 2-氨基苯并咪唑等四种苯并咪唑类农药残留量的测定。

本标准方法检出限:多菌灵为 0.07 mg/kg,甲基硫菌灵为 0.09 mg/kg,噻菌灵为 0.05 mg/kg,2-氨基苯并咪唑为 0.10 mg/kg。

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)或修订版均不适用于本标准,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,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

样品中的多菌灵等 4 种苯并咪唑类农药用乙腈提取,硫酸镁盐析、净化后,经反相离子对色谱分离,多菌灵在 275 nm、甲基硫菌灵在 265 nm、噻菌灵在 300 nm、2-氨基苯并咪唑在 275 nm 处检测,根据保留时间进行定性,外标法定量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯的试剂,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 甲醇:色谱纯。
- 4.3 丙酮:色谱纯。
- 4.4 三乙胺:色谱纯。
- 4.5 磷酸。
- 4.6 无水硫酸镁:(140±2)℃烘烤 4 h,在干燥器内冷却至室温,贮于密封瓶中备用。
- 4.7 N-丙基乙二胺(PSA):40 μm,60 Å。
- 4.8 癸烷磺酸钠:纯度≥98%。
- 4.9 离子对试剂:吸取 7.0 mL 磷酸于 200 mL 水中,加入 1.0 g 癸烷磺酸钠,溶解,再加入 10.0 mL 三乙胺,稀释至 1 000 mL。
- 4.10 多菌灵、噻菌灵、甲基硫菌灵和 2-氨基苯并咪唑标准品:纯度≥98%。
- 4.11 标准储备溶液:分别称取 0.010 0 g(准确至 0.000 1 g)多菌灵、噻菌灵、甲基硫菌灵和 2-氨基苯并咪唑标准品,用丙酮溶解定容至 100 mL,配制成 100 mg/L 的标准储备溶液,于-18℃避光保存 1 年。
- 4.12 混合标准工作溶液:分别准确吸取多菌灵、噻菌灵、甲基硫菌灵和 2-氨基苯并咪唑标准储备溶液

0.25 mL,在 30℃~40℃下用氮气缓缓吹干。用 4.0 mL 甲醇溶解,再用离子对试剂定容至 10.0 mL,0℃~4℃避光保存 1 个月。

5 仪器

- 5.1 高效液相色谱仪:带可调波长紫外检测器。
- 5.2 高速匀浆机,转速大于 10 000 r/min。
- 5.3 氮吹仪。
- 5.4 离心机。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

取不少于 1 000 g 样品,去除其中杂物,取可食部分,用干净纱布轻轻擦去样品表面的附着物,将样品缩分至 250 g,粉碎后密封,制成试样备用,剩余试样于-18℃保存。

6.2 样品处理

6.2.1 提取

称取 25 g 试样(精确到 0.01 g)于 100 mL 具塞离心管中,加入 25.0 mL 乙腈,高速匀浆 2 min,加入 15 g 无水硫酸镁,盖上盖子,剧烈振摇 1 min,静置 30 min,2 500 r/min 离心 5 min,使乙腈和水相分层。

6.2.2 净化

移取 1.0 mL 上层乙腈溶液于 2 mL 离心管中,加入 200 mg 无水硫酸镁和 50 mg PSA,2 500 r/min 离心 5 min。准确吸取 0.5 mL 乙腈溶液,然后加入离子对试剂 0.5 mL,振荡后过 0.45 μm 滤膜,待测。

6.3 测定

6.3.1 色谱参考条件

- 6.3.1.1 色谱柱:C₁₈柱,250 mm×4.6 mm,5 μm。
- 6.3.1.2 检测波长:见表 1。
- 6.3.1.3 柱温:45℃。
- 6.3.1.4 进样量:40 μL。
- 6.3.1.5 流动相:甲醇+离子对试剂(40+60)。
- 6.3.1.6 流速:1.25 mL/min

6.3.2 样品测定

按仪器条件,对标准工作液和试样溶液等体积交替进样,根据保留时间定性,外标法定量。同时做试剂空白。

表 1 检测波长切换表

农药	时间 min	波长 nm
多菌灵	0.00	275
甲基硫菌灵	11.80	265
噻菌灵	13.20	300
2-氨基苯并咪唑	15.00	275

注:可根据各农药的保留时间调整采集时间。

7 结果计算

样品中被测农药含量以质量分数 ω 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{c \times A_1 \times V_1 \times V}{m \times A_2 \times V_2} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c ——标准溶液中各农药的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- A_1 ——样品测定液中各农药的峰面积;
- A_2 ——标准溶液中各农药的峰面积;
- V ——样品提取液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——标准溶液的进样体积,单位为微升(μ L);
- V_2 ——样品溶液的进样体积,单位为微升(μ L);
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- f ——稀释倍数, $f=2$ 。

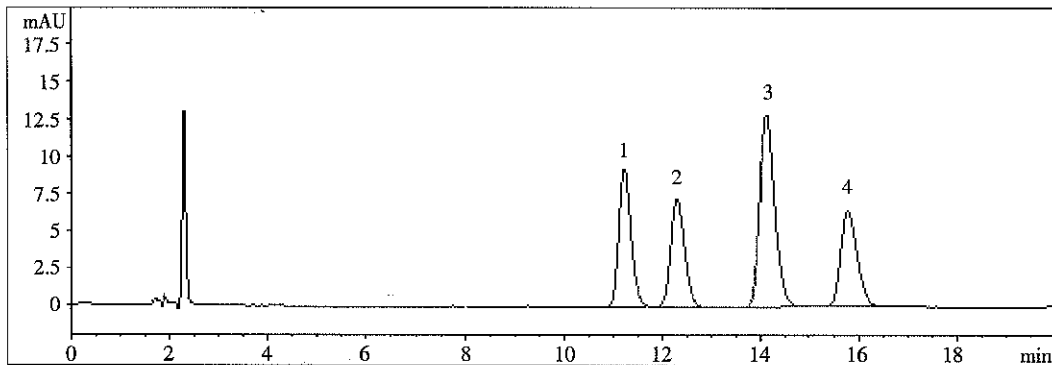
计算结果表示到二位有效数字。样品含量超 1 mg/kg 时表示到三位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

9 色谱图

四种苯并咪唑类农药标准色谱图见图 1。



- 1——多菌灵;
- 2——甲基硫菌灵;
- 3——噻菌灵;
- 4——2-氨基苯并咪唑。

图 1 四种苯并咪唑类农药标准色谱图