



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.146—2003
代替 GB/T 17332—1998

植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类 农药多种残留的测定

Determination of organochlorines and pyrethroid
pesticide multiresidues in vegetable foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 17332—1998《食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定》。

本标准与 GB/T 17332—1998 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定》；
- 按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：卫生部食品卫生监督检验所、北京市卫生防疫站、河南省卫生防疫站、农业部谷物品质监督检测中心。

本标准主要起草人：张临夏、祝孝巽、沈在忠、张莹、杨大进、方从容。

原标准于 1998 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

有机氯和拟除虫菊酯类农药是当前我国使用量较大的两类杀虫剂。食品中农药多残留分析方法可以囊括多种农药的残留分析,可以解决多种组分及未知组分农药在食品中的残留分析。本方法提供了粮食、蔬菜中六六六等 10 种有机氯及甲氰菊酯等 6 种拟除虫菊酯类农药的多残留分析,同时也适用于其他有机氯及拟除虫菊酯农药残留量的分析。

植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类
农药多种残留的测定

1 范围

本标准规定了粮食、蔬菜中 α -666、 β -666、 γ -666、 δ -666、七氯、艾氏剂、 p,p' -DDT、 p,p' -DDD、 p,p' -DDE、 o,p' -DDT、甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯等农药残留量的测定方法。

本标准适用于使用过六六六等有机氯及拟除虫菊酯类农药的粮食、蔬菜等作物的残留量的分析。

2 原理

试样中有机氯和拟除虫菊酯农药用有机溶剂提取，经液液分配及层析净化除去干扰物质，用电子捕获检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确定为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 石油醚：沸程 60℃～90℃，重蒸。
- 3.2 苯：重蒸。
- 3.3 丙酮：重蒸。
- 3.4 乙酸乙酯：重蒸。
- 3.5 无水硫酸钠。
- 3.6 弗罗里硅土：层析用，于 620℃灼烧 4 h 后备用，用前 140℃烘 2 h，趁热加 5% 水灭活。
- 3.7 农药标准品，见表 1。

表 1

农药名称	英文名称	纯度
α -666	α -HCH	≥99%
β -666	β -HCH	≥99%
γ -666	γ -HCH	≥99%
δ -666	δ -HCH	≥99%
p,p' -滴滴涕	p,p' -DDT	≥99%
p,p' -滴滴滴	p,p' -DDD	≥99%
p,p' -滴滴伊	p,p' -DDE	≥99%
o,p' -滴滴涕	o,p' -DDT	≥99%
七氯	heptachlor	≥99%
艾氏剂	aldrin	≥99%
甲氰菊酯	fenpropathrin	≥99%
氯氟氰菊酯	cyhalothrin	≥99%
氯菊酯	permethrin	≥99%
氯氰菊酯	cypermethrin	≥99%
氰戊菊酯	fenvalerate	≥99%
溴氰菊酯	deltamethrin	≥99%

3.8 标准溶液的配制

分别准确称取表1中的标准品,用苯溶解并配成1 mg/mL的储备液,使用时用石油醚稀释配成单品种的标准使用液。再根据各农药品种在仪器上的响应情况,吸取不同量的标准储备液,用石油醚稀释成混合标准使用液。

4 仪器

- 4.1 气相色谱仪:附电子捕获检测器(ECD)。
- 4.2 电动振荡器。
- 4.3 组织捣碎机。
- 4.4 旋转蒸发仪。
- 4.5 过滤器具:布氏漏斗(直径80 mm)抽滤瓶(200 mL)。
- 4.6 具塞三角瓶:100 mL。
- 4.7 分液漏斗:250 mL。
- 4.8 层析柱。

5 试样制备

取粮食试样经粮食粉碎机粉碎,过20目筛制成粮食试样。取蔬菜试样擦净,去掉非可食部分后备用。

6 分析步骤

6.1 提取

6.1.1 粮食试样:称取10 g粮食试样,置于100 mL具塞三角瓶中,加入20 mL石油醚,于振荡器上振荡0.5 h。

6.1.2 蔬菜试样:称取20 g蔬菜试样。置于组织捣碎杯中,加入30 mL丙酮和30 mL石油醚,于捣碎机上捣碎2 min,捣碎液经抽滤,滤液移入250 mL分液漏斗中,加入100 mL 20 g/L硫酸钠水溶液,充分摇匀,静置分层,将下层溶液转移到另一250 mL分液漏斗中,用20 mL、20 mL石油醚萃取,合并三次萃取的石油醚层,过无水硫酸钠层,于旋转蒸发仪上浓缩至10 mL。

6.2 净化

6.2.1 层析柱的制备:玻璃层析柱中先加入1 cm高无水硫酸钠,再加入5 g 5%水脱活弗罗里硅土,最后加入1 cm高无水硫酸钠,轻轻敲实,用20 mL石油醚淋洗净化柱,弃去淋洗液,柱面要留有少量液体。

6.2.2 净化与浓缩:准确吸取试样提取液2 mL,加入已淋洗过的净化柱中,用100 mL石油醚+乙酸乙酯(95+5)洗脱,收集洗脱液于蒸馏瓶中,于旋转蒸发仪上浓缩近干,用少量石油醚多次溶解残渣于刻度离心管中,最终定容至1.0 mL,供气相色谱分析。

6.3 测定

6.3.1 气相色谱参考条件

6.3.1.1 色谱柱:石英弹性毛细管柱,0.25 mm(内径)×15 m,内涂有OV-101固定液。

6.3.1.2 气体流速:氮气:40 mL/min,尾吹气:60 mL/min,分流比1:50。

6.3.1.3 温度:柱温自180℃升至230℃保持30 min;检测器、进样口温度250℃。

6.3.2 色谱分析:吸收1 μL试样液注入气相色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰高。再吸取1 μL混标溶液进样,记录色谱峰的保留时间和峰高。根据组分在色谱上的出峰时间与标准组分比较定性;用外标法与标准组分比较定量。

6.3.3 色谱图

见图 1。

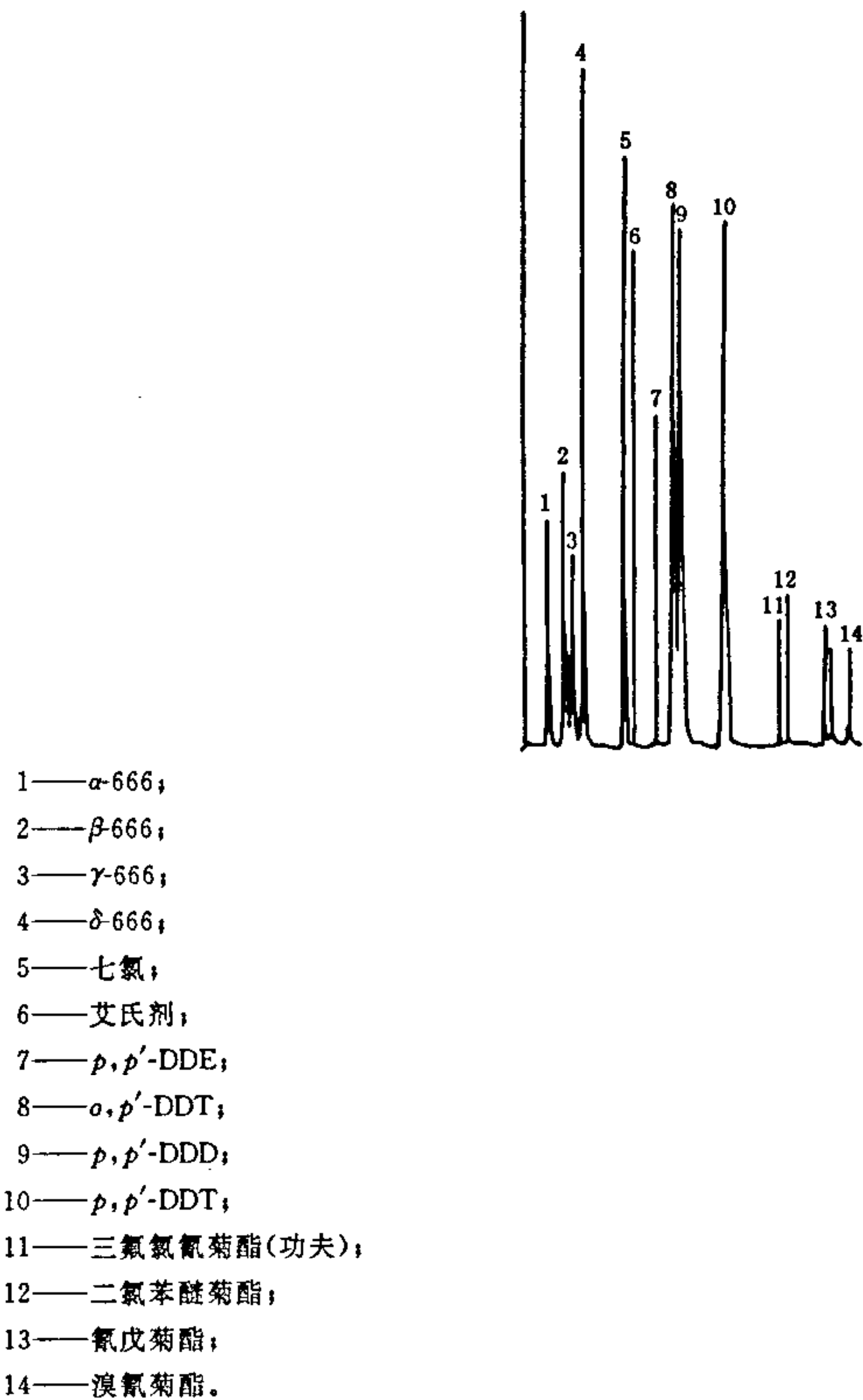


图 1 有机氯和拟除虫菊酯标液色谱图

7 结果计算

按下式计算：

$$X = \frac{h_i \times E_{si} \times V_2}{h_{si} \times V_1 \times m} \times K \dots\dots\dots (1)$$

式中：
X——试样中农药的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
E_{si}——标准品中*i*组分农药的含量，单位为纳克(ng)；
V₁——试样进样体积，单位为微升(μL)；
V₂——最后定容体积，单位为毫升(mL)；
h_{si}——标准品中*i*组分农药峰高，单位为毫米(mm)；
h_i——试样中*i*组分农药峰高，单位为毫米(mm)；
m——试样的质量，单位为克(g)；

K——稀释倍数。

8 精密度和准确度

将 10 种有机氯和 6 种菊酯类农药混合标准分别加入到面粉、黄瓜、油菜中进行方法的精密度和准确度试验,添加回收率在 81.71%~112.41%之间,变异系数在 2.48%~10.05%之间。

9 检出限

检出限见表 2。

表 2

农药名称	检出限/(μg/kg)
α-666	0.1
β-666	0.2
γ-666	0.6
δ-666	0.6
七氯	0.8
艾氏剂	0.8
<i>p,p'</i> -DDE	0.8
<i>o,p'</i> -DDT	1.0
<i>p,p'</i> -DDD	1.0
<i>p,p'</i> -DDT	1.0
氯氟氰菊酯	0.8
氯菊酯	16
氰戊菊酯	3.0
溴氰菊酯	1.6