ICS 67.040
C 53

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.110—2003
代替 GB/T 14929.4—1994

植物性食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量的测定

Determination of cypermethrin, fenvalerate and deltamethrin residues 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 14929.4—1994《食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量测定方法》。

本标准与 GB/T 14929.4—1994 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《植物性食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量的测定》；

——按 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。

本标准起草单位：广东省食品卫生监督检验所、北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人：吕澳生、祝孝巽、张临夏。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量的测定

1 范围

本标准规定了谷类和蔬菜中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯的测定方法。

本标准适用于谷类和蔬菜中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯的多残留分析。

本标准粮食和蔬菜的检出限氯氰菊酯为 2.1 μg/kg、氰戊菊酯为 3.1 μg/kg、溴氰菊酯为 0.88 μg/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 5009.19 食品中六六六、滴滴涕残留量的测定

GB/T 5009.20 食品中有机磷农药残留量的测定

3 原理

试样中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯经提取、净化、浓缩后用电子捕获-气相色谱法测定。

氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯经色谱柱分离后进入到电子捕获检测器中，便可分别测出其含量。经放大器，把讯号放大用记录器记录下峰高或峰面积。利用被测物的峰高或峰面积与标准的峰高或峰面积比进行定量。

4 试剂

4.1 石油醚：30℃～60℃重蒸。

4.2 丙酮：重蒸。

4.3 无水硫酸钠：550℃灼烧 4 h 备用。

4.4 层析用中性氧化铝：550℃灼烧 4 h 后备用，用前 140℃烘烤 1 h，加 3%水脱活。

4.5 层析活性炭：550℃灼烧 4 h 后备用。

4.6 脱脂棉：经正己烷洗涤后，干燥备用。

4.7 农药标准品：

氯氰菊酯(cypermethrin) 纯度≥96%；

氰戊菊酯(fenvalerate) 纯度≥94.4%；

溴氢菊酯(deltamethrin) 纯度≥97.5%。

4.8 标准液的配制：用重蒸石油醚或丙酮分别配制氯氰菊酯 2×10^{-7} g/mL、氰戊菊酯 4×10^{-7} g/mL、溴氰菊酯 1×10^{-7} g/mL 的标准液。吸取 10 mL 氯氰菊酯、10 mL 氰戊菊酯、5 mL 溴氢菊酯的标准液于 25 mL容量瓶中摇匀，即成为标准使用液，浓度为氯氰菊酯 8×10^{-8} g/mL、氰戊菊酯 16×10^{-8} g/mL、溴氢菊酯2×10^{-8} g/mL。

5 仪器

5.1 气相色谱仪附电子捕获检测器。

5.2 高速组织捣碎机。

5.3 电动振荡器。

5.4 高温炉。

5.5 K-D 浓缩器或恒温水浴箱。

5.6 具塞三角烧瓶。

5.7 玻璃漏斗。

5.8 10 μL 注射器。

6 分析步骤

6.1 提取

6.1.1 谷类:称取 10 g 粉碎的试样,置于 100 mL 具塞三角瓶中,加入石油醚 20 mL,振荡 30 min 或浸泡过夜,取出上清液 2 mL～4 mL 待过柱用(相当于 1 g～2 g 试样)。

6.1.2 蔬菜类:称取 20 g 经匀浆处理的试样于 250 mL 具塞三角瓶中,加入丙酮和石油醚各 40 mL 摇匀,振荡 30 min 后让其分层,取出上清液 4 mL 待过柱用。

6.2 净化

6.2.1 大米:用内径 1.5 cm、长 25 cm～30 cm 的玻璃层析柱,底端塞以经处理的脱脂棉。依次从下至上加入 1 cm 的无水硫酸钠,3 cm 的中性氧化铝,2 cm 的无水硫酸钠,然后以 10 mL 石油醚淋洗柱子,弃去淋洗液,待石油醚层下降至无水硫酸钠层时,迅速将试样提取液加入,待其下降至无水硫酸钠层时加入淋洗液淋洗,淋洗液用量 25 mL～30 mL 石油醚,收集滤液于尖底定容瓶中,最后以氮气流吹,浓缩体积至 1 mL,供气相色谱用。

6.2.2 面粉、玉米粉:所用净化柱与 6.2.1 相同,只是在中性氧化铝层上边加入 0.01 g 层析活性炭粉(可视其颜色深浅适当增减层析活性炭粉的量)进行脱色净化,操作同 6.2.1。

6.2.3 蔬菜类:所用净化柱与 6.2.1 同,只是在中性氧化铝层上加 0.02 g～0.03 g 层析活性炭粉(可视其颜色深浅适当增减层析活性炭粉的量)进行脱色。淋洗液用量 30 mL～35 mL 石油醚,净化操作同 6.2.1。

6.3 测定

用具有 ECD 的气相色谱仪。

6.3.1 色谱条件

6.3.1.1 色谱柱:玻璃柱 3 mm(内径)×1.5 m 或 2 m,内填充 3%OV-101/Chromosorb W(AWDMC S) 80 目～100 目。

6.3.1.2 温度:柱温 245℃,进样口和检测器 260℃。

6.3.1.3 载气:高纯氮气流速 140 mL/min。

7 结果计算

用外标法定量,按下式计算:

$$c_x = \frac{h_x \cdot c_s \cdot Q_s \cdot V_x}{h_s \cdot m \cdot Q_x}$$

式中:

c_x——试样中农药含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

h_x——试样溶液峰高,单位为毫米(mm);

c_s——标准溶液浓度,单位为克每毫升(g/mL);

Q_s——标准溶液进样量,单位为微升(μL);

V_x——试样的定容体积,单位为毫升(mL);

h_s——标准溶液峰高，单位为毫米(mm)；

m——试样质量，单位为克(g)；

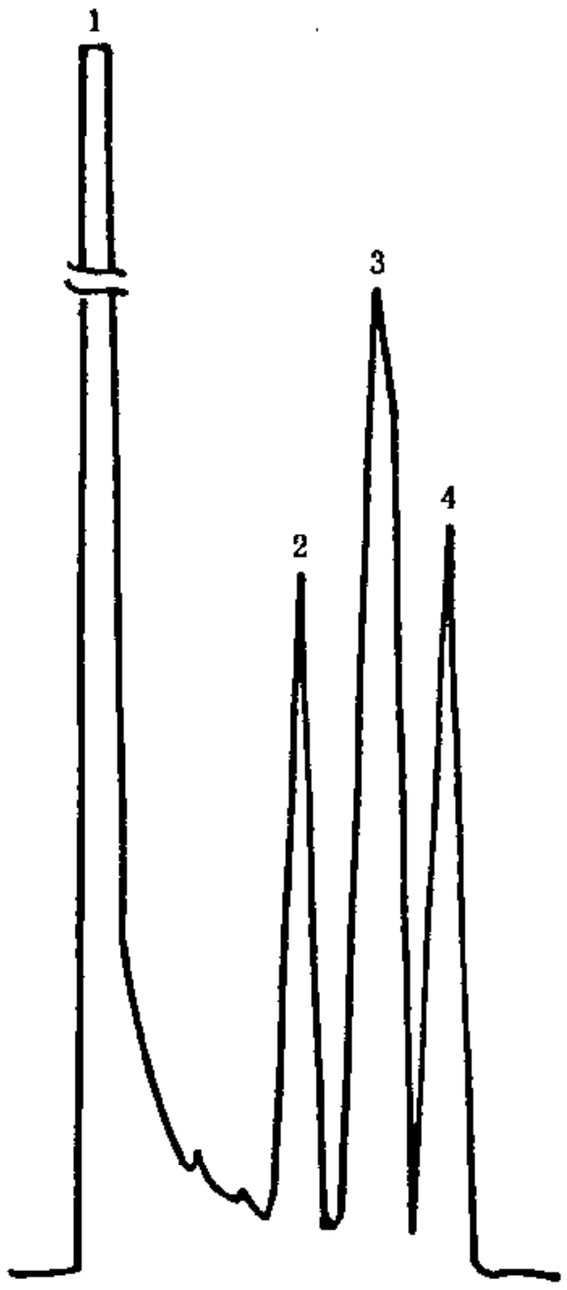
Q_x——试样溶液的进样量，单位为微升(μL)。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

9 氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯的色谱图

色谱图见图1。



1——溶剂；

2——氯氰菊酯，保留时间2 min 57 s；

3——氰戊菊酯，保留时间3 min 50 s；

4——溴氰菊酯，保留时间4 min 47 s。

图1 色谱分离图