



中华人民共和国国家标准

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

Determination of organochlorines and pyrethroid
pesticide residues in food

1998-04-20 发布

1999-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
**食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药
多种残留的测定**
GB/T 17332—1998

*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 9 千字
1998 年 10 月第一版 1998 年 10 月第一次印刷
印数 1→1 500

*
书号: 155066·1-15201 定价 8.00 元

*
标 目 351—39

前 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。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由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负责起草。

本标准主要起草人:张临夏、祝孝巽、张莹、杨大进、方从容。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院负责解释。

中华人民共和国国家标准

食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药
多种残留的测定

GB/T 17332—1998

Determination of organochlorines and pyrethroid
pesticide residues in food

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、三氟氯氰菊酯(功夫)、二氯苯醚菊酯、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分析。

2 原理

样品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

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	$\geq 99\%$
β -666	β -HCH	$\geq 99\%$
γ -666	γ -HCH	$\geq 99\%$
δ -666	δ -HCH	$\geq 99\%$
p,p'-滴滴涕	p,p'-DDT	$\geq 99\%$
p,p'-滴滴涕	p,p'-DDD	$\geq 99\%$
p,p'-滴滴涕	p,p'-DDE	$\geq 99\%$
o,p'-滴滴涕	o,p'-DDT	$\geq 99\%$
七氯	heptachlor	$\geq 99\%$
艾氏剂	aldrin	$\geq 99\%$
甲氰菊酯	fenpropathrin	$\geq 99\%$

表 1 (完)

农药名称	英文名称	纯度
三氟氯氰菊酯	cyhalothrin	≥99%
二氯苯醚菊酯	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 旋转蒸发器。
- 4.5 过滤器具:布氏漏斗($\phi 80$ 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 样品制备

取粮食样品经粮食粉碎机粉碎,过 20 目筛制成粮食试样。取蔬菜样品擦净,去掉非可食部分后备用。

6 分析步骤

6.1 提取

6.1.1 粮食样品: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 蔬菜样品: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 2% 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 $\times$ 2 石油醚萃取,合并三次萃取的石油醚层,过无水硫酸钠层,于旋转蒸发器上浓缩至 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% 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:准确吸取样品提取液 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,于旋转蒸发器上浓缩近干,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:石英弹性毛细管色谱柱,0.25 mm(内径) $\times$ 15 m,内涂有 OV-101 固定液。

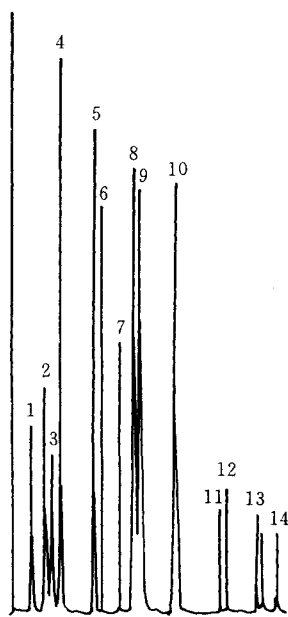
6.3.1.2 气体流速:氮气 40 mL/min,尾吹气 60 mL/min,分流比 1:50。

6.3.1.3 温度:柱温自 180℃ $\xrightarrow{5^\circ\text{C}/\text{min}}$ 230℃ 保持 30 min;检测器、进样口温度 250℃。

6.3.2 色谱分析:吸取 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。



1— α -666; 2— β -666; 3— γ -666; 4— δ -666; 5—七氯; 6—艾氏剂; 7—p,p'-DDE; 8—o,p'-DDT; 9—p,p'-DDD;
10—p,p'-DDT; 11—三氟氯氰菊酯(功夫); 12—二氯苯醚菊酯; 13—氰戊菊酯; 14—溴氰菊酯

图 1 有机氯和拟除虫菊酯标液色谱图

7 结果

7.1 计算

按式(1)计算。

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

式中: X ——样品中农药的含量, mg/kg;

E_{si} ——标准样品中 i 组分农药的含量, μg ;

V_1 ——样品进样体积, μL ;

V_2 ——最后定容体积, mL;

h_{si} ——标准样品中 i 组分农药峰高, mm;

h_i ——样品中 i 组分农药峰高, mm;

m ——试样的质量, kg;

K ——稀释倍数。

7.2 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液分别加入到面粉、黄瓜、油菜中进行方法的精密度和

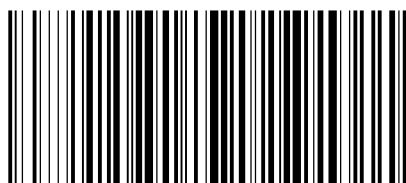
GB/T 17332—1998

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。

7.3 检出限,见表 2。

表 2

农药名称	最小检出浓度
α -666	0.1 $\mu\text{g/kg}$
β -666	0.2 $\mu\text{g/kg}$
γ -666	0.6 $\mu\text{g/kg}$
δ -666	0.6 $\mu\text{g/kg}$
七氯	0.8 $\mu\text{g/kg}$
艾氏剂	0.8 $\mu\text{g/kg}$
p,p'-DDE	0.8 $\mu\text{g/kg}$
o,p'-DDT	1.0 $\mu\text{g/kg}$
p,p'-DDD	1.0 $\mu\text{g/kg}$
p,p'-DDT	1.0 $\mu\text{g/kg}$
三氟氯氰菊酯	0.8 $\mu\text{g/kg}$
二氯苯醚菊酯	16 $\mu\text{g/kg}$
氰戊菊酯	3.0 $\mu\text{g/kg}$
溴氰菊酯	1.6 $\mu\text{g/kg}$



GB/T 17332-1998

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-15201

定价: 8.00 元

*

标 目 351—39