



中华人民共和国国家标准

GB 14879—94

食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定方法

Method for determination of permethrin
residue in foods

1994-02-22 发布

1994-09-01 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

食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定方法

GB 14879—94

Method for determination of permethrin
residue in foods

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、蔬菜、水果中二氯苯醚菊酯残留量的测定。

2 原理

电子捕获检测器对于电负性强化合物具有较高的灵敏度。在样品中,这些化合物经提取、净化后,用气相色谱电子捕获检测器检测,样品的峰高(面积)和标准样品的峰高(面积)相比,计算出样品相当的含量。

3 试剂

3.1 丙酮。

3.2 石油醚。

3.3 乙酸乙酯。

3.4 氯化钠。

3.5 无水硫酸钠。

3.6 弗罗里硅土(60~80目),使用前在130℃下活化24h,保存于干燥器中。

3.7 二氯苯醚菊酯标准溶液:精密称取二氯苯醚菊酯标准样品,用甲苯配成贮备液,放于冰箱中。

3.8 二氯苯醚菊酯使用液:将贮备液稀释到一定的浓度,于冰箱中保存备用。

4 仪器

4.1 气相色谱仪,带⁶³Ni ECD。

4.2 组织捣碎机。

4.3 索氏提取器。

4.4 旋转蒸发器。

4.5 层析柱,1cm(内径)×17cm。

5 操作方法

5.1 提取

5.1.1 水果、蔬菜:称取切碎的样品50g,置于组织捣碎机中,加入丙酮80mL,捣碎2min,用布氏漏斗抽滤,残渣用少量丙酮冲洗,收集全部滤液于500mL分液漏斗中,加入200mL2%氯化钠溶液,用石油醚(50、25、25mL)萃取三次,石油醚层过无水硫酸钠层干燥,用旋转蒸发器浓缩至1~3mL,待净化。

中华人民共和国卫生部1994-02-22批准

1994-09-01实施

5.1.2 谷物:称取粉碎的样品 20 g,放入滤纸筒内,在索氏提取器中用 100 mL 丙酮:石油醚 1:1 (V/V) 混合液抽提 4 h,冷却后转入 500 mL 分液漏斗中,以下步骤与水果、蔬菜相同。

5.2 净化

在玻璃层析柱底部垫少许脱脂棉(经 2% 乙酸乙酯石油醚混合液浸提处理),再从下至上,装入 2 cm 无水硫酸钠,加 4 g 弗罗里硅土,顶部再装 2 cm 无水硫酸钠,稍稍振动使之充实,用 10 mL 2% 或 5% 乙酸乙酯石油醚溶液预淋层析柱,弃去预淋液,将浓缩的提取液倒入柱中,用上述溶剂 70 mL 淋洗,收集淋洗液,浓缩、定容,进气相色谱分析。

5.3 色谱条件

5.3.1 色谱柱:玻璃柱,3 mm(内径)×0.5 m,内装 3% OV-101+3% Apizon/Gas Chrom Q。

5.3.2 柱温度:230℃。

5.3.3 进样口温度:240℃。

5.3.4 检测器温度:250℃。

5.3.5 气流速度:载气,氮气 70 mL/min。

5.4 测定

根据仪器灵敏度配制一系列不同浓度的标准溶液。

将各浓度的标准液 2~5 μL 分别注入气相色谱仪中,可测得不同浓度二氯苯醚菊酯标准溶液的峰高。同时取样品溶液 2~5 μL 注入气相色谱仪中,测得的峰高与标准溶液的峰高相比,计算相应的含量。

5.5 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 —— 样品中农药含量,mg/kg;

h_x —— 样品溶液峰高,mm;

C_s —— 标准溶液浓度,μg/mL;

Q_s —— 标准溶液进样量,μL;

V_x —— 样品的浓缩定容体积,mL;

h_s —— 标准溶液峰高,mm;

m —— 样品称样量,g;

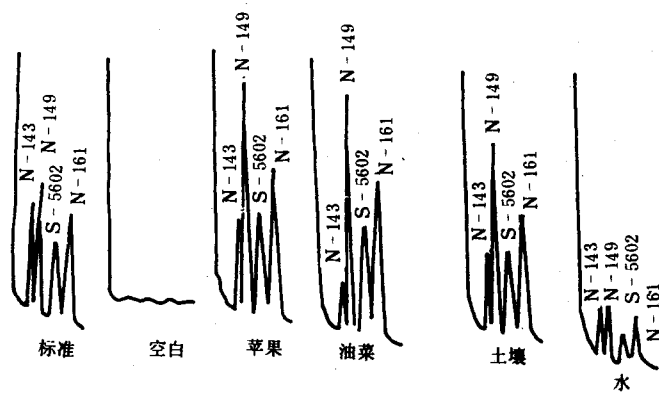
Q_x —— 样品溶液的进样量,μL。

6 精密度和灵敏度

添加标准农药回收率 80%~106%;变异系数 0.8%~16.1%。最小检测浓度 0.001~0.010 mg/kg。

7 色谱图

二氯苯醚菊酯色谱图见下图。



二氯苯醚菊酯色谱图

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由北京农业大学、北京农林科学院、浙江农业大学、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人明九雪、郑德荣、朱国念、沈在忠。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。

(京)新登字 023 号

GB 14879—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定方法
GB 14879—94

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社北京印刷厂印刷
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

*

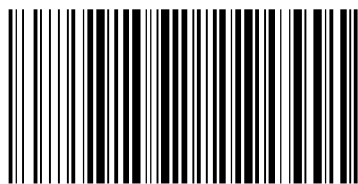
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1994 年 8 月第一版 1994 年 8 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-10978 定价 8.00 元

*

标 目 246—78



GB 14879—1994