

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1603—2008

蔬菜中溴氰菊酯残留量的测定 ——气相色谱法

Determination of deltamethrin residues in vegetables
—Gas chromatography method

2008-05-16 发布

2008-07-01 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提出并归口。

本标准由沈阳农业大学负责起草,沈阳市质量技术监督局苏家屯分局及农业部农药质量监督检验测试中心(沈阳)参加起草。

本标准主要起草人:周艳明、牛森、高淑英、胡睿、吴晓琳、邢岩、赵英博、陈彬。

蔬菜中溴氰菊酯残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了气相色谱测定蔬菜中溴氰菊酯残留量的测定方法。

本标准适用于蔬菜中溴氰菊酯残留量的测定。

本方法检出限为 0.005 mg/kg。

2 原理

样品中溴氰菊酯用丙酮和石油醚提取,柱层析净化除去干扰物,用气相色谱仪配电子捕获检测器测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的至少三级的水。

3.1 石油醚:30℃~60℃重蒸。

3.2 丙酮+石油醚混合溶液(农残级,或分析纯经重蒸馏):1+4。

3.3 20 g/L 氯化钠溶液。

3.4 农药标准品:溴氰菊酯(deltamethrin)纯度 $\geq 99.8\%$ 。

3.5 标准储备液:准确称取 10.0 mg 标准品,用石油醚(3.1)定容至 100 mL,配成质量浓度为 100 mg/L 标准储备液。

3.6 标准工作溶液:用石油醚(3.1)将标准储备液(3.5)稀释至质量浓度分别为 1.0 mg/L、0.1 mg/L 和 0.01 mg/L、0.005 mg/L 的标准工作溶液。

3.7 固相萃取柱:氟罗里硅土,1 g。

4 仪器

4.1 气相色谱仪附电子捕获检测器。

4.2 匀浆机。

4.3 氮吹仪。

4.4 真空泵。

4.5 微量注射器:10 μ L。

4.6 锥形瓶:具塞,100 mL。

5 试样制备

蔬菜样品擦去表面泥水,取适量有代表性可食部分,切碎、混匀,用匀浆机制成匀浆备用。匀浆放入聚乙烯瓶中于-16℃~-20℃条件下保存。

6 分析步骤

6.1 提取

称取 10.0 g 匀浆于 100 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 丙酮+石油醚混合溶液(3.2),加塞后摇匀,超声提取 20 min。加入 50 mL 氯化钠溶液(3.3),加塞,剧烈摇动 2 min,静置待分层,继续加入氯化钠溶液

(3.2),使液面至锥形瓶颈,上层有机相为提取液。

6.2 净化

取氟罗里硅土固相萃取柱(3.7),用5 mL石油醚淋(3.1)洗萃取柱,弃去淋洗液。准确吸取15 mL样品提取液,缓缓注入固相萃取柱,收集流出液于梨形瓶中。再吸取20 mL丙酮+石油醚混合溶液(3.2),缓缓注入固相萃取柱,合并收集流出液。

6.3 浓缩

将所收集的流出液用氮气流吹至近干,再用少量石油醚淋洗管壁,继续吹干,准确加入1.0 mL石油醚(3.1)溶解残渣。

6.4 测定

6.4.1 色谱条件

6.4.1.1 色谱柱:OV-101 15 m×0.53 mm×5 μm,或相当极性色谱柱。

6.4.1.2 温度:进样口:260℃;检测器:260℃;色谱柱:230℃。

6.4.1.3 气体流速:载气:氮气纯度≥99.99%,5 mL/min;尾吹气:氮气 30 mL/min。

6.4.1.4 进样方式:不分流进样。

6.4.1.5 进样量:2 μL。

6.4.2 测定

分别注入各质量浓度标准工作溶液(3.6)和待测试料2 μL注入色谱仪,外标法定量。

6.4.3 空白试验

除不加试料外,均按上述步骤进行。

7 结果计算

试料中溴氰菊酯残留量用质量分数 w 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算。

$$w = \frac{A \times \rho_s \times V_1}{A_s \times m \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——试料中溴氰菊酯残留量含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——试样中溴氰菊酯的峰面积;

A_s ——标准溶液中溴氰菊酯的峰面积;

ρ_s ——标准工作液中溴氰菊酯的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 ——提取液总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

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应超过算术平均值的15%。

9 色谱图

标准溶液色谱图见图1。

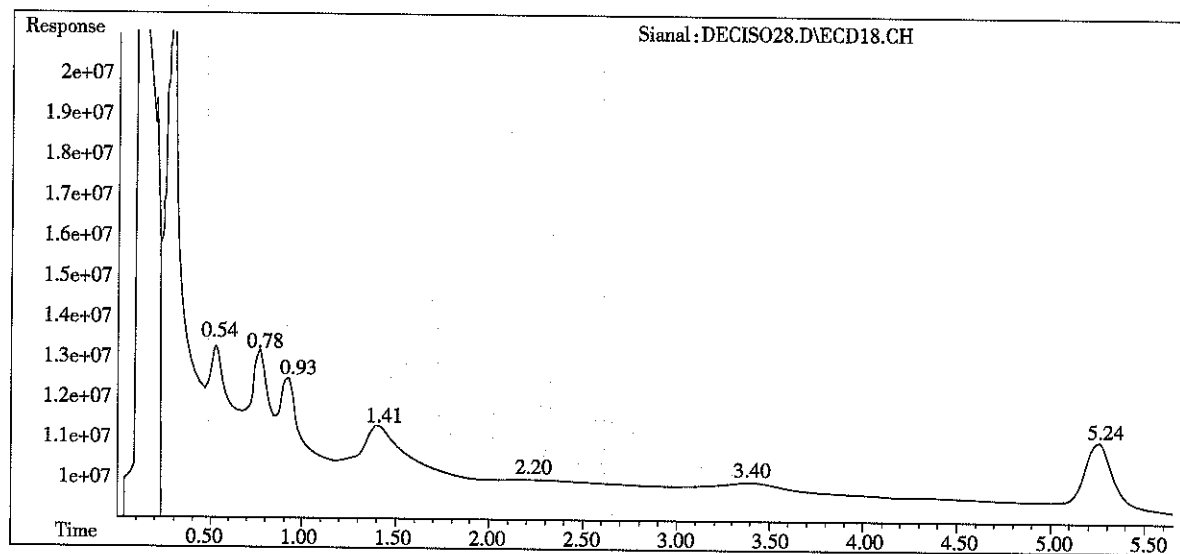


图1 溴氰菊酯标准溶液(0.005 µg/mL)的色谱图