

ICS 71.100.60

Y 41

中华人民共和国国家质量监督

检验检疫总局备案号：33569-2012

DB53

云南省地方标准

DB53/T 395—2012

桉叶油中有机氯和菊酯类 12 种农药残留量 的测定 气相色谱法

2012-03-15 发布

2012-05-01 实施

云南省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由云南出入境检验检疫局提出。

本标准由云南省质量技术监督局归口。

本标准由云南出入境检验检疫局负责起草，云南绿宝香精香料有限公司参加起草。

本标准主要起草人：梁文君、陈洁、张禹红、谢爱群、罗雁华、范云、朱红玉、彭美阳、胡济娜。

桉叶油中有机氯和菊酯类 12 种农药残留量的测定

气相色谱法

1 范围

本标准规定了使用气相色谱仪测定桉叶油中有机氯和菊酯类 12 种农药残留量的方法。

本标准适用于桉叶油中 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、七氯、艾氏剂、p.p'-滴滴伊、o.p'-滴滴涕、p.p'-滴滴滴、p.p'-滴滴涕、三氟氯氰菊酯（功夫）、氰戊菊酯农药残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 15687 油脂试样制备

3 原理

桉叶油试样中有机氯和拟除虫菊酯农药用丙酮和石油醚提取，用气相色谱仪电子捕获检测器检测，根据农残标准品色谱峰保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，试验用水为 GB/T 6682 规定的二级以上水。

- 4.1 丙酮。
- 4.2 石油醚：重蒸。
- 4.3 正己烷：色谱纯。
- 4.4 无水硫酸钠：在 700 °C 灼烧 4 h，存于干燥器内备用。
- 4.5 2%硫酸钠溶液：2 g 无水硫酸钠，溶于 100 mL 水中。
- 4.6 农药标准品：见表 1。

表1 12 种农药标准品

中文名称	英文名称	纯度%
α -六六六	α -HCH	≥ 99
β -六六六	β -HCH	≥ 99
γ -六六六	γ -HCH	≥ 99
δ -六六六	δ -HCH	≥ 99
七氯	Heptachlor	≥ 99

表1 (续)

中文名称	英文名称	纯度%
艾氏剂	Aldrin	≥99
p, p' -滴滴伊	p, p'-DDE	≥99
o, p' -滴滴涕	o, p'-DDT	≥99
p, p' -滴滴滴	p, p'-DDD	≥99
p, p' -滴滴涕	p, p'-DDT	≥99
三氟氯氰菊酯 (功夫)	Cyhalothrin	≥99
氰戊菊酯	Fenvalerate	≥99

4.7 标准溶液：准确量取表1中标准品，用丙酮配制成0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL混合标准使用液。

4.8 氮气：高纯氮，含量99.999%以上。

5 仪器与设备

5.1 气相色谱仪，配有电子捕获检测器（ECD）。

5.2 旋转蒸发仪。

5.3 分析天平：感量为0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 试样制备

6.1.1 桉叶油试样按照GB/T 15687制备，称量1.0 g，精确至0.000 1 g。

6.1.2 试样置于250 mL分液漏斗中，加入20 mL丙酮（4.1）和20 mL石油醚（4.2），轻摇、混匀，加入30 mL硫酸钠溶液（4.5），充分摇匀，静置分层，将下层溶液转移至另一个250 mL分液漏斗中，再用15 mL丙酮和15 mL石油醚混合溶液萃取二次，合并三次萃取液，过无水硫酸钠（4.4）层，于旋转蒸发仪上浓缩至1 mL以下，氮吹5 min，用正己烷（4.3）定容至1 mL，供气相色谱测定。

6.2 测定

6.2.1 气相色谱仪推荐工作条件

6.2.1.1 色谱柱：石英毛细管柱，HP-50.25 μm，30 m×0.32 mm（内径）石英弹性毛细管柱。

6.2.1.2 气体流速：氮气载气恒压10 psi，初始流速约2.5 mL/min；进样口不分流，分流出口吹扫流量65 mL/min；检测器恒定流量，加尾吹。

6.2.1.3 温度：初始温度100 °C，升温速率15 °C/min，升温至180 °C；升温速率5 °C/min，升温至280 °C，保持15 min。

6.2.2 色谱分析

分别吸取1 μL混合标准溶液及试样净化液注入气相色谱仪，以保留时间定性，试样和农药标准品色谱峰面积比较定量（农药标准品色谱图参见附录A）。

6.2.3 结果计算

桉叶油试样中各农药残留含量按式（1）计算：

$$X = \frac{m_1 \times V_2}{m \times V_1} \times K \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 桉叶油中各农药残留含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m_1 —— 被测试样农药的含量，单位为纳克（ng）；

V_2 —— 试样定容体积，单位为毫升（mL）；

m —— 桉叶油试样质量，单位为克（g）；

V_1 —— 试样进样体积，单位为微升（ μ L）；

K —— 稀释倍数。

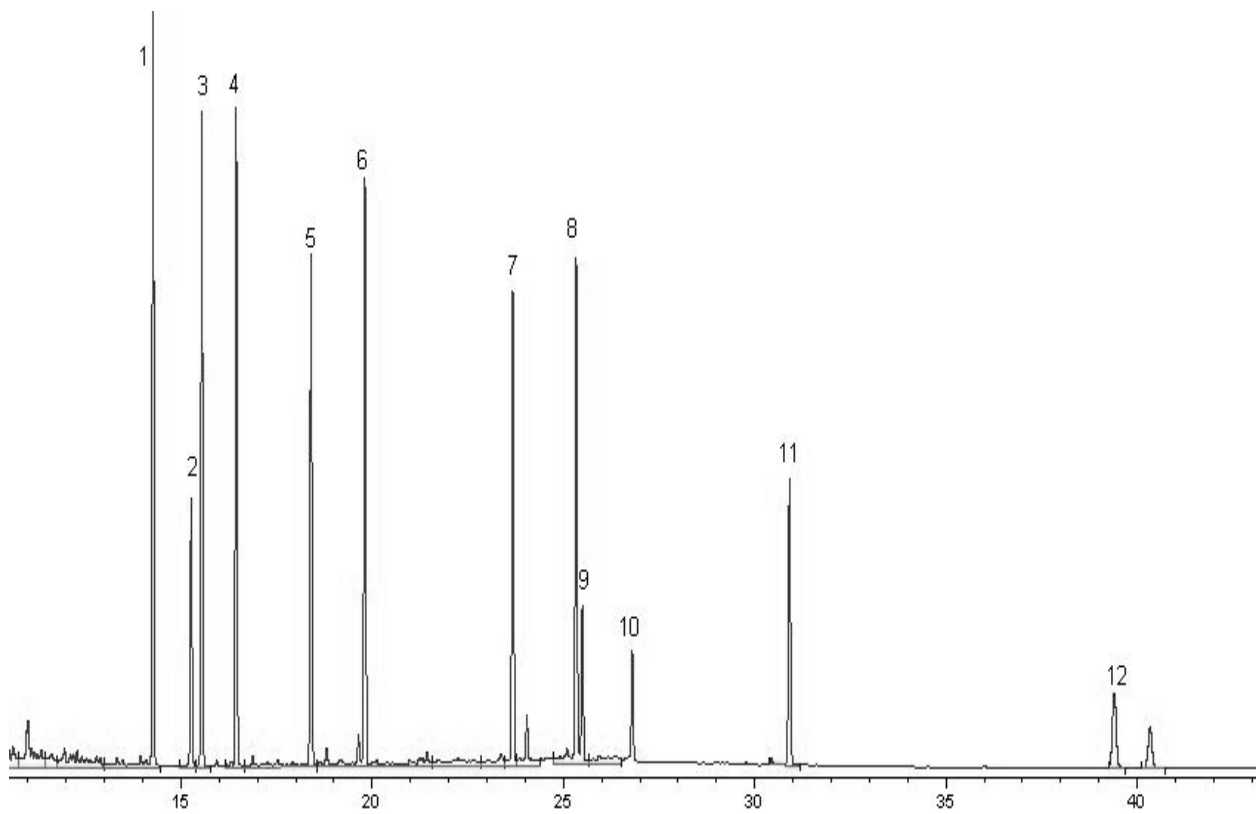
取二次平行测定结果的平均值，保留 2 位小数。

7 检出限、重现性和再现性

本方法的检出限、重现性和再现性见附录 B。



附录 A
(资料性附录)
桉叶油中 12 种农药标准品色谱图



注：按照出峰顺序，12种农药的标准色谱图：1. α -六六六 2. β -六六六 3. γ -六六六 4. δ -六六六 5. 七氯 6. 艾氏剂 7. p, p'-滴滴伊 8. p, p'-滴滴涕 9. p, p'-滴滴滴 10. p, p'-滴滴涕 11. 三氟氯氰菊酯（功夫） 12. 氰戊菊酯

图A.1 桉叶油中 12 种农药标准品色谱图

附 录 B
(资料性附录)
检出限、重现性和再现性

检出限、重现性和再现性见表B.1。

表B.1 检出限、重现性和再现性

农 残	工作曲线范围 μg/mL	线性相关系数	检出限 mg/kg	重现性限 r n=10, %	再现性限 R n=5, %
α-六六六	0~1.0	≥0.999	0.01	9.6	9.7
β-六六六	0~1.0	≥0.999	0.01	4.0	10.8
γ-六六六	0~1.0	≥0.999	0.01	10.8	9.3
δ-六六六	0~1.0	≥0.999	0.01	8.9	6.5
七氯	0~1.0	≥0.999	0.01	6.3	9.7
艾氏剂	0~1.0	≥0.999	0.01	8.4	10.5
p, p' -滴滴伊	0~1.0	≥0.999	0.01	9.6	9.5
o, p' -滴滴涕	0~1.0	≥0.999	0.01	11.5	10.8
p, p' -滴滴涕	0~1.0	≥0.999	0.01	10.6	10.5
p, p' -滴滴涕	0~1.0	≥0.999	0.01	8.5	9.5
三氟氯氰菊酯 (功夫)	0~1.0	≥0.999	0.01	10.1	6.3
氰戊菊酯	0~1.0	≥0.999	0.025	12.6	8.6