

# 中华人民共和国国家标准

## 花生仁、棉籽油、花生油中 涕灭威残留量测定方法

GB/T 14929.2—94

Method for determination of aldicarb  
residues in peanut, cottonseed oil and peanut oil

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了涕灭威残留量的测定方法。

本标准适用于花生仁、棉籽油、花生油中涕灭威及代谢物残留量的测定。本方法最低检出限 1.47  $\mu\text{g}$ , 取样 25 g, 定容 1.0 mL, 进样 10  $\mu\text{L}$ , 最小检出浓度 0.005 9 mg/kg。

### 2 原理

含有涕灭威及氧化代谢物涕灭威亚砷、涕灭威砷的样品, 在提取过程中加入强氧化剂使涕灭威、涕灭威亚砷氧化成在气相色谱仪火焰光度检测器上有较高响应的涕灭威砷进行测定。涕灭威残留总量以涕灭威砷的量表示。

### 3 试剂

3.1 除特殊规定外, 只应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度水。

3.2 丙酮。

3.3 二氯甲烷。

3.4 无水硫酸钠。

3.5 10%碳酸氢钠溶液。

3.6 过氧乙酸溶液: 过氧化氢: 乙酸=2:1。

3.7 涕灭威砷标准储备溶液: 精密称取涕灭威砷标准品 50.0 mg, 置于 50 mL 容量瓶中, 加少量二氯甲烷溶解, 用二氯甲烷稀释到刻度。配成每毫升含涕灭威砷 1.0 mg 的标准溶液。

3.8 涕灭威砷标准使用溶液: 吸取标准储备溶液 5.0 mL, 用二氯甲烷定容至 50 mL, 该中间溶液浓度为 0.10 mg/mL。依次吸取中间溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL, 以二氯甲烷分别定容至 100 mL, 配成浓度为 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0  $\mu\text{g/mL}$  标准系列。

### 4 仪器

4.1 电动振荡器。

4.2 旋转蒸发器。

4.3 净化柱: 在 1.3 cm(内径)×8 cm 层析柱中依次装入 1 cm 无水硫酸钠, 4 g 弗罗里硅土, 1 cm 无水硫酸钠。

4.4 气相色谱仪: 具有火焰光度检测器。

## 5 操作方法

### 5.1 样品处理

5.1.1 水果:样品洗净、擦干,取可食部分捣碎、混匀。称取约 25 g 试样,精确至 0.001 g。置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 100 mL 丙酮-水(3:1),振荡 0.5 h。经滤纸过滤,用 50 mL 丙酮-水分三次冲洗锥形瓶及残渣,合并滤液。在水浴 45℃ 条件下减压浓缩至约 100 mL。样液置于 250 mL 分液漏斗中,加入 5 mL 过氧乙酸溶液,振荡 0.5 h。缓慢加入 50 mL 碳酸氢钠溶液,摇至无气泡产生。用 50、25、25 mL 二氯甲烷萃取三次,合并二氯甲烷,经无水硫酸钠干燥,在水浴 45℃ 条件下减压浓缩至 1.0 mL,待测定。

5.1.2 花生仁、粮谷等:样品粉碎、混匀,按 5.1.1“称取 25 g 样品,……经无水硫酸钠干燥。”操作。萃取液浓缩至约 20 mL。

层析柱先用 25 mL 甲苯-二氯甲烷(1:1)预洗。将上液转入柱中,弃去流出部分,依次用 50 mL (2:98)、100 mL (1:1)丙酮-乙醚淋洗,收集、合并两次淋洗液。在水浴 45℃ 条件下减压浓缩至近干,取下用氮气吹干。加 1.0 mL 二氯甲烷溶解残渣,待测定。

### 5.2 色谱条件

5.2.1 色谱柱:玻璃柱:长 1 m,内径 3 mm;固定相:15%FFAP/Chromosorb W AW 80~100 目。

5.2.2 检测器:火焰光度检测器,S 滤光片。

5.2.3 温度:柱箱 190℃;进样口 230℃;检测器 230℃。

5.2.4 气流:氮气 45 mL/min;氢气 80 mL/min;空气 100 mL/min。

### 5.3 测定

根据气相色谱仪灵敏度,取标准系列各浓度 5~10 μL 分别注入气相色谱仪。测得各浓度标准溶液的峰高,以进样体积下的标准物含量(ng)为横坐标,峰高(mm)为纵坐标绘制标准曲线。

取样品溶液 5~10 μL 注入气相色谱仪。测得涕灭威砒的峰高(mm),从标准曲线中查出相应的含量(ng)。

### 5.4 计算

$$X(\text{mg/kg}) = \frac{m \times V_0 \times 1\,000}{W \times V_1 \times 1\,000}$$

式中: X——样品中涕灭威砒含量,mg/kg;

m——样品峰在标准曲线中查得的相应含量,ng;

V<sub>0</sub>——样品液体积,mL;

W——称样量,g;

V<sub>1</sub>——进样体积,μL;

1 000——单位换算系数。

## 6 精密度

本方法相对标准差小于 13%。

## 7 色谱图及标准曲线

涕灭威砒色谱图见图 1;涕灭威标准曲线见图 2。

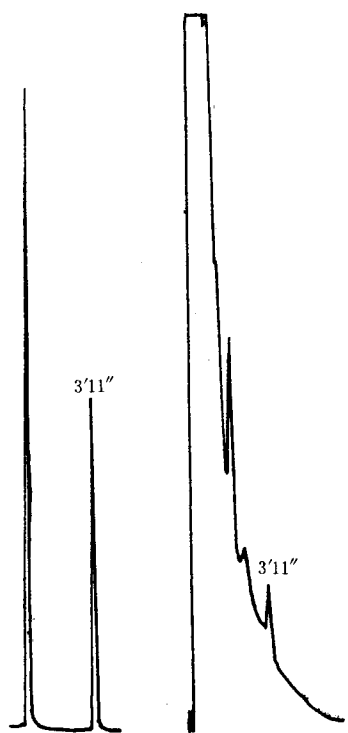


图 1 涕灭威砒标准品、样品色谱图

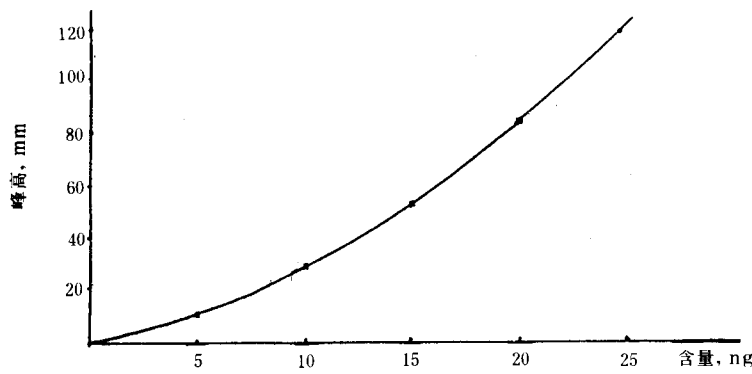


图 2 涕灭威标准曲线

**附加说明：**

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由北京市卫生防疫站、中国农业科学院植物保护研究所、北京市农林科学院植物保护环境保护研究所负责起草。

本标准主要起草人孙淳、焦淑贞、高宣德、石建成、刘杰。

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。