



中华人民共和国国家标准

GB 29705—2013

食品安全国家标准

水产品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯 多残留的测定 气相色谱法

Determination of Cypermethrin, Fenvalerate and Deltamethrin residues in aquatic
products by Gas Chromatographic method

(电子版本仅供参考，以标准正式出版物为准)

2013-09-16 发布

2014-01-01 实施

中华人民共和国农业部

发布

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会

目 次

目 次.....	I
前 言.....	II
水产品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯多残留的测定 气相色谱法	1
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 试料的制备与保存.....	2
6.1 试料的制备.....	2
6.2 试料的保存.....	3
7 测定步骤.....	3
7.1 提取.....	3
7.2 净化和浓缩.....	3
7.3 标准曲线的制备.....	3
7.4 测定.....	3
7.5 空白试验.....	4
8 结果计算和表述.....	4
9 检测方法灵敏度、准确度、精密度	5
9.1 灵敏度.....	5
9.2 准确度.....	5
9.3 精密度.....	5
附录 A.....	6

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准系国内首次发布的国家标准。

水产品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯多残留的测定

气相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量的制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于鱼和虾可食性组织中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1.1-2000 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则

GB/T 6682 分析实验室用水规则和试验方法

3 原理

试样中残留的氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯，用氯化钠脱水，乙腈提取，正己烷除脂，C₁₈柱净化，气相色谱测定，外标法定量。

4 试剂和材料

以下所用的试剂，除特别注明外均为分析纯试剂；水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯标准品：含量 \geq 99.0%。

4.2 乙腈：色谱纯。

4.3 甲醇：色谱纯。

4.4 正己烷：色谱纯。

4.5 苯：色谱纯。

4.6 乙酸乙酯：色谱纯。

4.7 氯仿：色谱纯。

4.8 氯化钠：优级纯，650℃灼烧 4h，冷却，干燥保存，备用。

- 4.9 甲醇水溶液：取甲醇100 mL，用水溶解并稀释至300 mL。
- 4.10 乙腈正己烷溶液：取乙腈10 mL，用正己烷溶解并稀释至110 mL。
- 4.11 C₁₈固相萃取柱：200 mg/3 mL，或相当者。
- 4.12 氧化铝固相萃取柱：200 mg/3 mL，或相当者。
- 4.13 100 μg/mL 氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯混合标准贮备液：精密称取氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯标准品各 10 mg，于 100 mL 棕色量瓶中，用苯溶解并稀释至刻度，配制成浓度为 100 μg/mL 的混合标准贮备液。2~8℃保存，有效期 3 个月。
- 4.14 5 μg/mL 氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯混合标准工作液：精密量取100 μg/mL 氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯混合标准贮备液500 μL，于10 mL棕色量瓶中，用苯稀释至刻度，配制成浓度为5 μg/mL 的氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯混合标准工作液。2~8℃保存，有效期3个月。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱仪：配 63Ni 电子捕获检测器。
- 5.2 分析天平：感量 0.000 01 g。
- 5.3 天平：感量 0.01 g。
- 5.4 均质机
- 5.5 旋转蒸发仪
- 5.6 离心机
- 5.7 调速混匀器
- 5.8 氮吹仪
- 5.9 固相萃取装置
- 5.10 鸡心瓶：125 mL。
- 5.11 具塞离心管：10 mL、50 mL。

6 试料的制备与保存

6.1 试料的制备

取适量新鲜或解冻的空白或供试鱼和虾可食性组织，绞碎，并使均质。

——取均质后的供试样品，作为供试试料。

——取均质后的空白样品，作为空白试料。

——取均质后的空白样品，添加适宜浓度的标准工作液，作为空白添加试料。

6.2 试料的保存

-20 °C 以下保存。

7 测定步骤

7.1 提取

称取试料 (5 ± 0.05) g, 于 50 mL 具塞玻璃离心管中, 加乙腈 15 mL, 振荡 5 min, 加氯化钠 1.5 g 振荡 2 min, 4 000 r/min 离心 5 min, 取上清液于另一具塞玻璃离心管中, 残渣中加乙腈 15 mL, 重复提取一次, 合并两次上清液, 加乙腈正己烷溶液 10 mL, 振荡混合 2 min, 4 000 r/min 离心 5 min, 除去上层正己烷液, 乙腈液中加入正己烷 10 mL, 重复提取一次, 弃上层正己烷液。取乙腈层液至鸡心瓶中, 于 45°C 水浴旋转蒸发至干, 用甲醇 2 mL 溶解残余物, 加水 4 mL, 混匀, 备用。

7.2 净化和浓缩

C₁₈ 柱依次用甲醇 5 mL、氯仿 5 mL、甲醇 5 mL 和甲醇水溶液 5 mL 活化, 取备用液过柱, 控制流速 1 滴/秒。用甲醇水溶液 5 mL 淋洗, 流干, 加苯 4 mL 洗脱, 收集洗脱液, 备用。

氧化铝柱用乙腈 5 mL 活化, 取备用洗脱液过柱。加苯 1 mL 洗脱, 重复 3 次。合并三次洗脱液于 10 mL 刻度离心管中, 用苯定容至 5 mL, 供气相色谱测定。

7.3 标准曲线的制备

精密量取 5 μg/mL 氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯混合标准贮备液适量, 用苯稀释, 配制成浓度分别为 0.5、1、5、25、50、100 和 500 ng/mL 的系列混合标准溶液, 供气相色谱测定。以测得峰面积为纵坐标, 对应的标准溶液浓度为横坐标, 绘制标准曲线。求回归方程和相关系数。

7.4 测定

7.4.1 色谱条件

检测器: ⁶³Ni 电子捕获检测器。

色谱柱: 5% 苯基和 95% 聚二甲基硅氧烷。

检测器温度: 310 °C。

进样口温度: 230 °C。

进样方式：不分流进样。

载气：99.999%高纯氮气。

柱流速：2.5 mL/min，尾吹为：25 mL/min。

柱温程序：初始柱温 160 °C，维持 1 min，30 °C/min 升至 250 °C，维持 2 min，5 °C/min 升至 280 °C，维持 10 min。

进样量：1 μL。

7.4.2 测定法

取试样溶液和相应的标准溶液，作单点或多点校准，按外标法，以峰面积计算。标准溶液及试样溶液中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯响应值应在仪器检测的线性范围之内。在上述色谱条件下，标准溶液和空白添加试样溶液的高效液相色谱图见附录 A。

7.5 空白试验

除不加试料外，采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

8 结果计算和表述

试料中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的残留量 (μg/kg)：按下式计算

$$X = \frac{A \times C_s \times V}{A_s \times m}$$

式中：

X ——供试试料中相应的氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的残留量，μg/kg；

C_s ——标准溶液相应的氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的浓度，μg/mL；

A ——试样中相应的氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的峰面积；

A_s ——标准工作溶液中相应的氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的峰面积；

V ——最终试样体积，mL；

m ——供试试料质量，g。

注：计算结果需扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

9 检测方法灵敏度、准确度、精密度

9.1 灵敏度

本方法的检测限为 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

9.2 准确度

本方法在 1~10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平上的回收率 70%~100%。

9.3 精密度

本方法的批内相对标准偏差 $\leq 15\%$ ，批间相对标准偏差 $\leq 20\%$ 。

附录 A
(资料性附录)

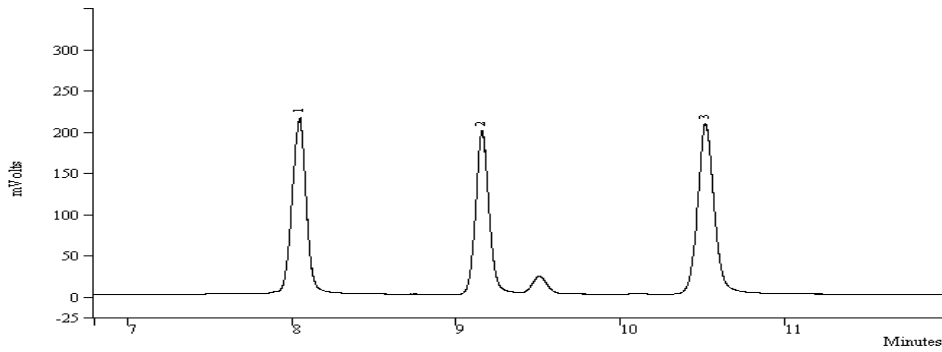
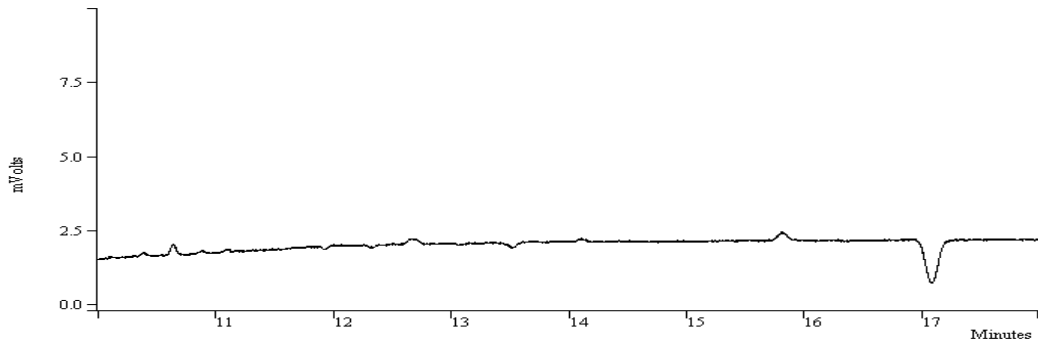
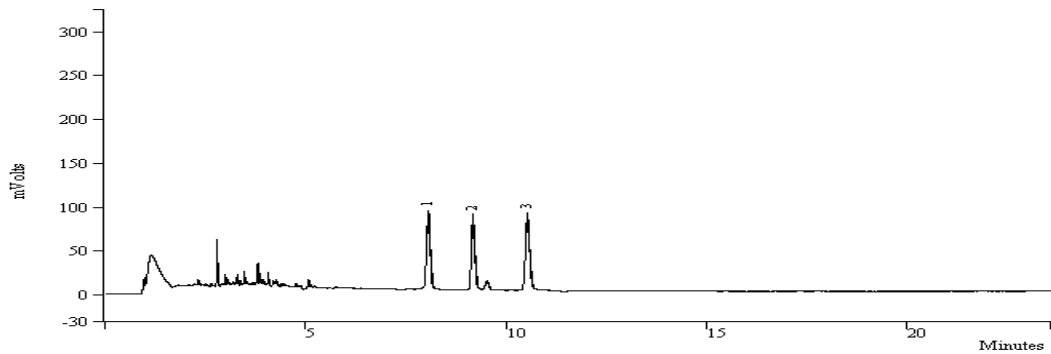


图 A1 氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯标准溶液色谱图
(氯氰菊酯 50 $\mu\text{g/mL}$ 、氰戊菊酯 50 $\mu\text{g/mL}$ 、溴氰菊酯 50 $\mu\text{g/mL}$)



图A2 草鱼肌肉组织空白试样色谱图



图A3 草鱼肌肉组织空白添加氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯试样色谱图
(氯氰菊酯 25 $\mu\text{g/kg}$ 、氰戊菊酯25 $\mu\text{g/kg}$ 、溴氰菊酯50 25 $\mu\text{g/kg}$)

注:

- 1——氯氰菊酯;
- 2——氰戊菊酯;
- 3——溴氰菊酯。