

ICS 67.050
X 04

中华人民共和国国家标准

农业部 781 号公告—7—2006

蜂蜜中氟氯苯氰菊酯残留量的测定 气相色谱法

Determination of flumethrin residue in honey by gas chromatography

2006-12-16 发布

2006-12-16 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。

本标准起草单位：农业部蜂产品质量监督检验测试中心(北京)。

本标准主要起草人：周金慧、赵静、薛晓锋、赵孟彬、张金振、李熠、李桂芬、邱静。

本标准附录为资料性附录。

蜂蜜中氟氯苯氰菊酯残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了蜂蜜中氟氯苯氰菊酯残留量检验的制样和气相色谱测定法。
本标准适用于蜂蜜中氟氯苯氰菊酯残留量的测定。

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(ISO/IEC Directives, Part 3, 1997, Rules for the structure and drafting of International Standard, NEQ)

GB/T 6682-1992 分析实验室用水规则和试验方法
农业部农牧发[2003]1号 兽药残留实验技术规范(试行)

3 制样

3.1 试样的制备

取适量无结晶的空白或供试样品,搅拌均匀。对于结晶的样品,在密闭的情况下,放置于不超过60℃的水浴中溶解,称样前冷却至室温,搅拌均匀。

3.2 试样保存

将试样于室温保存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理

将蜂蜜试样用水和丙酮溶解,试样中残留的氟氯苯氰菊酯用正己烷—二氯甲烷提取液提取,离心,将上层有机相浓缩至近干,正己烷溶解后,用 Oasis HLB 固相萃取小柱净化,正己烷—二氯甲烷提取液洗脱,氮吹近干后,正己烷溶解残渣,用配有电子俘获检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。

4.2 试剂和材料

除特殊规定外,试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.2.1 丙酮:色谱纯。

4.2.2 正己烷:色谱纯。

4.2.3 二氯甲烷:色谱纯。

4.2.4 正己烷+二氯甲烷(1+1):量取等量的正己烷和二氯甲烷混合。

4.2.5 氟氯苯氰菊酯(Flumethrin)标准品:纯度大于98.0%。

4.2.6 Oasis HLB 固相萃取柱(规格6 mL、500 mg)或相当者。使用前用3 mL 丙酮和5 mL 正己烷预处理。

4.2.7 氟氯苯氰菊酯标准溶液:

准确称取适量的氟氯苯氰菊酯标准品,用正己烷溶解,配制成浓度为0.100 mg/mL的储备液。根据需要再用正己烷稀释配制适当浓度的标准工作液。-18℃左右避光保存,有效期为3个月。