

T B

团体标准

T/ NAIA×××-××××

葡萄酒中 6 种菊酯类农药残留的测定
气相色谱法

×××××-××××× 发布

×××××-××××× 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T1.1-2020 《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》规定编写。
本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监管重点实验室（枸杞和葡萄酒质量安全））、宁夏回族自治区标准化研究院、银川智慧食品安全检验检测中心（有限公司）、宁夏回族自治区药品检测研究院、宁夏回族自治区食品监督检验二站、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：张瑶、王晶蕾、田碧桃、张芦燕、龚慧、李瑞雪、王香瑜、马雪梅、谢芳、吴明、吕毅、马桂娟、张小飞、董敏、王泽岚、陈盼盼、王琛、郭阳、李强。

本文件为首次发布。

葡萄酒中 6 种菊酯类的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了葡萄酒中联苯菊酯、氯氟氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的气相色谱法检测方法。

本文件适用于葡萄酒中联苯菊酯、氯氟氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经乙腈提取，提取液经浓缩后，用气相色谱-电子捕获检测器（ECD）检测，以保留时间定性，外标法定量。

5 试剂与材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈：色谱纯。

5.1.2 氯化钠：色谱纯

5.1.3 正己烷：色谱纯

5.2 标准品

联苯菊酯（Bifenthrin, 82657-04-3）、氯氟氰菊酯（Cyhalothrin, 68085-85-8）、氯菊酯（Permethrin, 52645-53-1）、氯氰菊酯（Cypermethrin, 52315-07-8）、氰戊菊酯（Fenvalerate, 51630-58-1）、溴氰菊酯（Deltamethrin, 52918-63-5），纯度>98%。

5.3 标准溶液制备

5.3.1 标准储备液(1.0mg/mL)：分别称取适量联苯菊酯、氯氟氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯标准品，用正己烷（5.1.3）溶解定容至 10mL，溶液浓度为 1.0mg/mL，存放于 4℃ 冰箱。

5.3.2 标准工作液：根据需要，用正己烷（5.1.3）配制适当浓度的标准工作液，临用现配。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪：配有电子捕获检测器(ECD)。

6.2 分析天平：感量 0.0001g 和 0.01g。

6.3 涡旋混合器。

6.4 旋转蒸发仪。

6.5 离心机：8000/min。

7 分析步骤

7.1 提取

准确称取 5 g 待测样品于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈和 4g 氯化钠，涡旋 5 min 后，8000r/min 离心 5min，吸取上清液于 150 mL 鸡心瓶中，于 40℃ 下旋蒸浓缩至近干，准确加入 2 mL 正己烷溶解残渣，供气相色谱分析。

7.2 测定

7.2.1 气相色谱参考条件

7.3.1 色谱柱：HP-5 30m×0.25mm×0.25μm 或性能相当者。

7.3.2 进样口温度(℃)：260

7.3.3 进样方式：不分流

7.3.4 流速(mL/min)：0.8

7.3.5 检测器温度(℃)：300

7.3.6 气相色谱升温条件见表 1

表 1：气相色谱程序升温条件

	速率 (°C/min)	温度 (°C)	保持时间 (min)
(初始温度)	---	180	1
阶升(1)	12	270	15
阶升(2)	20	280	5

7.2.2 色谱测定与确证

根据样品中被测菊酯类农药残留的含量，选定峰面积相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中各种菊酯类农药残留的响应值均应在仪器的线性范围内。标准工作溶液和样液等体积穿插进样测定。在上述色谱条件下。标准品的色谱图参见附录 A 中图 A.1。

7.3 平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行测定。

7.4 空白试验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

8 结果计算和表述

$$X = \frac{C \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X ——试样中各菊酯类农药的残留含量，单位为毫克每千克，mg/kg；

C ——标准工作液中菊酯类农药的浓度，单位为微克每毫升，g/mL；

V ——样液最终定容体积，单位为毫升，mL；

m ——最终样液所代表的试样量，单位为克，g。

注：计算结果须扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

9 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

10 定量限

本方法中氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的定量限为0.02mg/kg，联苯菊酯、氯氟氰菊酯定量限为0.008mg/kg

附录 A
(资料性附录)

6 种菊酯标准品的色谱图

联苯菊酯、氯氟氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的色谱图见图 A。

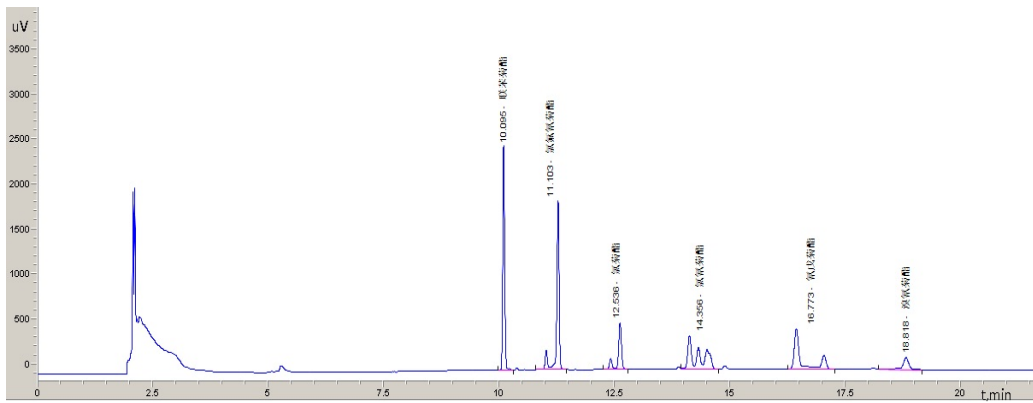


图 A 联苯菊酯、氯氟氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的色谱图