

ICS 67.050.01

X 04

# DB22/T

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 2003—2014

---

## 水果、蔬菜和茶叶中拟除虫菊酯类农药 残留量快速检测方法 薄层色谱法

Rapid determination of pyrethroid pesticide residues in fruit , vegetable and tea  
Thin layer chromatography

2014 - 02 - 28 发布

2014 - 04 - 30 实施

---

吉林省质量技术监督局 发布



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由吉林省计量科学研究院提出。

本标准由吉林省质量技术监督局归口。

本标准起草单位：长春吉大·小天鹅仪器有限公司、吉林省计量科学研究院、吉林大学、长春医学高等专科学校。

本标准主要起草人：马继伟、韩晓飞、梁芳慧、安卫东、丁亚英、陈慧敏、王春娟、郭影、张玉龙、于爱民。



# 水果、蔬菜和茶叶中拟除虫菊酯类农药残留量 快速检测方法 薄层色谱法

## 1 范围

本标准规定了水果、蔬菜和茶叶中拟除虫菊酯类农药残留量的快速检测方法。

本标准适用于采用薄层色谱法对水果、蔬菜和茶叶中拟除虫菊酯类农药残留量的快速检测。

本方法最低检出量：溴氰菊酯为0.2 μg, 点样量为20 μL时，检出浓度约为0.1 mg/kg。

## 2 原理

试样用石油醚提取，将试样提取液浓缩，经固相萃取柱净化，点于薄层板上，展开，根据薄层板上菊酯类农药的比移值及色斑深浅，与标准比较进行定性、定量分析。

## 3 试剂

3.1 石油醚：分析纯。

3.2 丙酮：分析纯。

3.3 正己烷：分析纯。

3.4 甲醇：分析纯。

3.5 乙酸乙酯：分析纯。

3.6 氯仿：分析纯。

3.7 溴氰菊酯：纯度 99.8%。

3.8 标准储备溶液：准确称取标准物质溴氰菊酯 0.10 g 于 100 mL 容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，分别配制成浓度为 1.00 mg/mL 的标准储备溶液，（0~4）℃ 保存。

3.9 标准使用液：从标准储备溶液（3.8）中准确吸取 4.00 mL 于 10.00 mL 容量瓶中，用丙酮稀释成 250.0 μg/mL 的溶液，现用现配。

3.10 洗脱剂：石油醚-乙酸乙酯（19+1）。

3.11 展开剂：正己烷-氯仿（3+1）。

## 4 仪器

4.1 薄层扫描仪或 GDYN-402SD 菊酯农药残留检测仪<sup>1)</sup>。

4.2 天平：感量 0.01 g。

4.3 粉碎机。

4.4 层析缸。

4.5 薄层板。

1) 由长春吉大·小天鹅仪器有限公司提供的产品商品名，给出这一信息是为了方便本标准的使用者，并不表示对该产品的认可，如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效的产品。

4.6 净化柱。

4.7 微量注射器：20.0 μL。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样提取

5.1.1 蔬菜、水果样品：取均质后样品 50.0 g 置于 100 mL 样品提取管中，加入石油醚使样品刚好浸没（约 15 mL），搅拌 1 min~2 min，静置 2 min，将提取溶液转移到浓缩瓶内。再向提取管中加入 5.0 mL 石油醚重复冲洗样品，合并石油醚提取溶液。弃去下层溶液，向石油醚层加 0.1 g 无水硫酸钠，搅匀。

5.1.2 茶叶样品：取茶叶样品 5.0 g 置于 100 mL 样品提取瓶中，加入石油醚使样品刚好浸没（约 10 mL），搅拌 1 min~2 min，静置 2 min，将提取溶液转移到浓缩瓶内。再向提取瓶中加入 5.0 mL 石油醚重复冲洗样品，合并石油醚提取溶液。

5.1.3 净化：将石油醚溶液用冷风吹干或在约 40℃ 水浴上挥发至干，加入 2.0 mL 石油醚溶解残渣。然后转移至净化柱，再加入 3.0 mL~5.0 mL 洗脱试剂（3.10）洗脱，盛接洗脱液。将盛接洗脱液挥发至干，加入 0.5 mL 甲醇溶解残渣，备用。

### 5.2 测定

5.2.1 点样：在薄层板下端 1 cm 基线处，用点样仪或微量注射器于薄层板上点 5.0 μL、10.0 μL、20.0 μL 标准使用液和 10.0 μL 试样液。

5.2.2 展开：将点样后的薄层板放入预先盛有展开剂（3.11）的展开槽内，盖上展开槽上盖，待溶剂前沿上展至薄层板 5 cm 左右时，取出在空气中挥发至干，用展开剂（3.11）时，溴氰菊酯比移值约为 0.40，氰戊菊酯 0.18、0.35，氯氰菊酯 0.38。

## 6 结果计算

6.1 用薄层扫描仪或 GDYN-402SD 菊酯农药残留检测仪的内置工作曲线及计算公式时，直接显示样品质量浓度（mg/kg）。

6.2 当仪器无内置工作曲线及计算公式时，应按下式进行结果计算。

$$c = \frac{m_1}{m \times V_2 / V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c$ ——试样中菊酯的含量， mg/kg；

$m_1$ ——试样点相当于菊酯的质量， μg；

$m$  ——试样质量， g；

$V_1$ ——加入甲醇的体积， μL；

$V_2$ ——测定时点样的体积， μL。

## 7 精密度

在重复性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20%。

---