



中华人民共和国国家标准

GB/T 13595—2004

代替 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992

烟草及烟草制品 拟除虫菊酯杀虫剂、有机磷杀虫剂、 含氮农药残留量的测定

Tobacco and tobacco products—Determination of pyrethroids,
organophosphorus and nitrogen-containing
pesticides residues

2004-12-14 发布

2005-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准参考德国食品中农药残留量通用检测方法(S19)制定。

本标准代替 GB/T 13595—1992《烟叶中拟除虫菊酯杀虫剂残留量的测定方法》、GB/T 13597—1992《烟叶中有机磷杀虫剂残留量的测定方法》和 GB/T 13598—1992《烟叶中含氮农药残留量的测定方法》。

本标准与 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 相比主要变化如下：

- 删除 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 的“主题内容与适用范围”(1992 年版的第 1 章)；
- 增加了“范围”；
- 删除 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 的“取样”(1992 年版的第 2 章)；
- 增加了“规范性引用文件”；
- 删除 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 的“测定”(1992 年版的第 3 章)；
- 增加了“原理”；
- 增加了“试剂与材料”；
- 增加了“仪器”；
- 增加了“采样与试样制备”；
- 增加了“分析步骤”；
- 删除 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 的“结果表示”(1992 年版的第 4 章)；
- 增加了“结果计算”；
- 删除 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 的“检验报告”(1992 年版的第 5 章)；
- 增加了“精密度”；
- 增加了附录 A“色谱图示例”。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由国家烟草专卖局提出。

本标准由全国烟草标准化技术委员会(TC 144)归口。

本标准起草单位：国家烟草质量监督检验中心。

本标准主要起草人：张威、唐纲岭、朱永平、李国政、吴雪芹、谭兰兰、岳勇、刘惠民。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992。

烟草及烟草制品

拟除虫菊酯杀虫剂、有机磷杀虫剂、 含氮农药残留量的测定

1 范围

本标准规定了烟草及烟草制品中高效氯氟氰菊酯、氟氯氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯、克百威、甲萘威、二嗪磷、甲基对硫磷、毒死蜱、马拉硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、倍硫磷、甲胺磷、速灭磷、久效磷、甲霜灵、磷胺、氟节胺、仲丁灵、异丙乐灵、二甲戊灵 23 种农药残留量的测定方法。

本标准适用于烟草及烟草制品。

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 5606.1 卷烟 第 1 部分：抽样

GB/T 19616 烟草成批原料取样的一般原则(GB/T 19616—2004,ISO 4874:2000,MOD)

YC/T 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法(YC/T 31—1996,ISO 2881:1992,eqv)

3 原理

用丙酮提取烟草中的农药残留，用乙酸乙酯和环己烷进行液-液分配，凝胶渗透色谱和硅胶柱层析净化，气相色谱法或气相色谱-质谱法测定。

4 试剂与材料

水应为蒸馏水或同等纯度的水。所有试剂应适用于农药残留量分析。所有溶剂应依照与样品测定(萃取和测定)相同的程序做空白试验以检查其纯度，溶剂色谱图的基线上应没有明显会影响农药残留测定的峰出现。

4.1 农药标准品：高效氯氟氰菊酯、氟氯氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯、克百威、甲萘威、二嗪磷、甲基对硫磷、毒死蜱、马拉硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、倍硫磷、甲胺磷、速灭磷、久效磷、甲霜灵、磷胺、氟节胺、仲丁灵、异丙乐灵、二甲戊灵。

4.2 氯化钠，分析纯。

4.3 无水硫酸钠，分析纯(550℃干燥至少 2 h)。

4.4 混合盐，氯化钠：硫酸钠为 1：1(质量分数)。

4.5 石英棉，经硅烷化处理。

4.6 丙酮，需重蒸并验证。

4.7 环己烷，需重蒸并验证。

4.8 乙酸乙酯，需重蒸并验证。

4.9 凝胶渗透色谱(GPC)流动相，乙酸乙酯：环己烷为 1：1(体积分数)，或二者的共沸蒸馏物。

4.10 聚苯乙烯，38 μm ~74 μm ，建议使用 Bio-Beads S-X3。