

ICS 点击此处添加 ICS 号
点击此处添加中国标准文献分类号

GB

中华人民共和国国家标准

GB 23200.29—2016

代替SN/T 1977—2007

食品安全国家标准
水果和蔬菜中唑螨酯残留量的测定
液相色谱法

National food safety standards—

Determination of fenpyroximate residue in fruits and vegetables

Liquid chromatography

2016-12-18 发布

2017-06-18 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
中华人民共和国农业部
国家食品药品监督管理总局

发布

前 言

本标准代替SN/T 1977-2007 《出口水果和蔬菜中唑螨酯残留量检测方法 高效液相色谱法》。

本标准与SN/T 1977-2007相比，主要变化如下：

- 标准文本格式修改为食品安全国家标准文本格式；
- 标准名称中“出口水果和蔬菜”改为“水果和蔬菜”；
- 标准范围中增加“其它食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1977-2007。

食品安全国家标准

水果和蔬菜中唑啉酯残留量的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了水果、蔬菜中唑啉酯残留量的高效液相色谱检测方法。

本标准适用于柑桔、白菜中唑啉酯残留量的检测；其它食品可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样用甲醇提取，正己烷反萃取，中性氧化铝柱净化，以带紫外检测器的高效液相色谱仪检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682中规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 甲醇（ CH_3OH ）：色谱纯。

4.1.2 正己烷（ C_6H_{14} ）：色谱纯。

4.1.3 乙酸乙酯（ $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ ）：色谱纯。

4.1.4 无水硫酸钠（ Na_2SO_4 ）：650 °C 灼烧 4 h，在干燥器中冷却至室温，贮于密封瓶中备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 氯化钠溶液（10%）：取 10 g 氯化钠，以水定容至 100 mL，摇匀备用。

4.3 标准品

4.3.1 唑啉酯标准品（Fenpyroximate, CAS.NO.: 111812-58-9）：纯度 $\geq 99\%$ 。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 唑啉酯标准储备液：准确称取适量唑啉酯标准品，用乙腈配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。根据需要用乙腈稀释至适当浓度的标准工作液。

4.5 材料

4.5.1 中性氧化铝固相萃取柱：1 000 mg，3 mL。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪，配有紫外检测器。

5.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。

5.3 均质器：5000 r/min。

5.4 离心机：4000 r/min。

5.5 旋转蒸发器。

5.6 氮吹仪。

5.7 涡旋混匀器。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

取代表性样品约 500 g，取样部位按 GB 2763 附录 A 执行，个体大的样品需先切碎，放入高速组织

捣碎机捣碎均匀，装入洁净容器，密封，并标明标记。

6.2 试样保存

试样于 0-4℃ 保存。在制样的操作过程中，必须防止样品污染或发生残留物含量的变化。

7 测定步骤

7.1 提取

称取 15 g (精确至 0.01 g) 试样置于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 甲醇，高速均质 2 min。4000 r/min 离心 4 min，过滤，残渣中加入 20 mL 甲醇，涡旋 1 min，重复离心过滤操作，合并滤液，待净化。

7.2 净化

将上述滤液转移至 250 mL 分液漏斗中，加入 40 mL 氯化钠溶液和 20 mL 正己烷，剧烈振荡 2 min，静置分层，将正己烷层移入 100 mL 具塞锥形瓶中。水层用 20 mL 正己烷重复提取一次，合并正己烷层。加入 2 g 无水硫酸钠，振荡，静置后，将正己烷层移入 100 mL 浓缩瓶中，再用少量正己烷洗涤具塞锥形瓶两次，洗涤液合并至浓缩瓶。于 40℃ 水浴旋转浓缩至近干。

用 3×3 mL 正己烷-乙酸乙酯 (2+8) 洗涤浓缩瓶，将溶液转移入经 5 mL 乙酸乙酯预淋洗的中性氧化铝固相萃取柱中，控制流速约 2 mL/min，收集全部流出液。于 40℃ 水浴氮气吹干，用流动相溶解并定容至 1.0 mL，过 0.45 μm 滤膜，供液相色谱分析。

7.3 测定

7.3.1 高效液相色谱参考条件

- 色谱柱：ZORBAX SB-C₁₈，5 μm，250 mm×4.6 mm (i.d) 或相当者；
- 流动相：乙腈-水 (85+15)。
- 流速：0.8 mL/min。
- 检测波长：254 nm。
- 进样量：40 μL。

7.3.2 色谱测定与确证

根据试液中啉螨酯含量的情况，选定峰面积相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中啉螨酯的响应值应在仪器检测的线性范围之内。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，啉螨酯的参考保留时间为 9.8 min。啉螨酯标准品的液相色谱图见附录 A 中图 A.1。

7.4 空白实验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

8 结果计算和表述

用色谱数据处理软件或按式 (1) 计算试样中啉螨酯的残留含量：

$$X = \frac{A \cdot c \cdot V}{A_s \cdot m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——试样中啉螨酯的残留量，单位为毫克每千克，mg/kg；

A——样液中啉螨酯的峰面积；

A_s——标准工作液中啉螨酯的峰面积；

c——标准工作液中啉螨酯的浓度，单位为微克每毫升，μg/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质量，单位为克，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，保留两位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录 B 的要求。

9.2 在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录 C 的要求。

10 定量限和回收率

10.1 定量限

本方法定量限为 0.02 mg/kg。

10.2 回收率

10.2.1 柑桔中唑螨酯添加浓度及回收率实验数据:

唑螨酯添加浓度在 0.02 mg/kg 时, 回收率为 80.4%~97.5%;

唑螨酯添加浓度在 0.05 mg/kg 时, 回收率为 83.5%~97.1%;

唑螨酯添加浓度在 0.20 mg/kg 时, 回收率为 87.8%~101.7%。

10.2.2 白菜中唑螨酯添加浓度及回收率实验数据:

唑螨酯添加浓度在 0.02 mg/kg 时, 回收率为 78.2%~96.0%;

唑螨酯添加浓度在 0.05 mg/kg 时, 回收率为 81.7%~97.4%;

唑螨酯添加浓度在 0.20 mg/kg 时, 回收率为 87.3%~102.5%。

附录 A
(资料性附录)
标准品色谱图

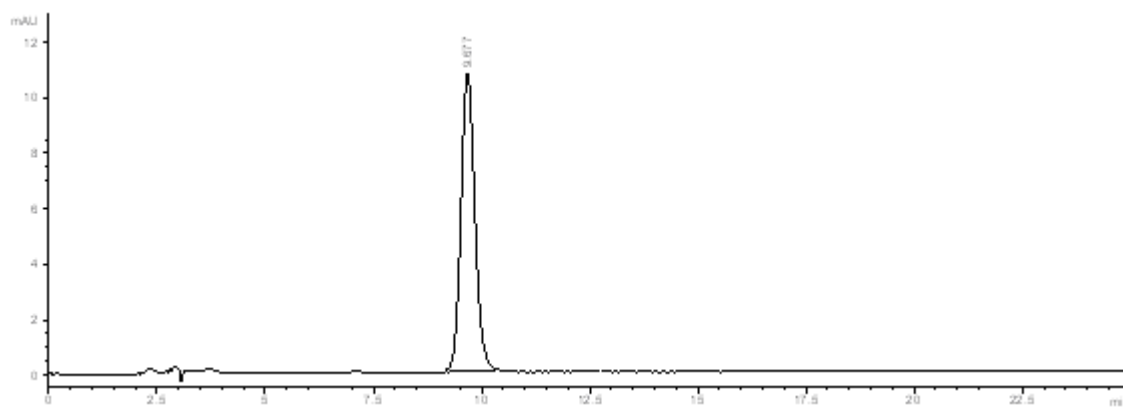


图 A.1 啉磷酯标准品液相色谱图

附 录 B
(规范性附录)
实验室内重复性要求

表 B.1 实验室内重复性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	36
$> 0.001 \leq 0.01$	32
$> 0.01 \leq 0.1$	22
$> 0.1 \leq 1$	18
> 1	14

附 录 C
(规范性附录)
实验室间再现性要求

表 C.1 实验室间再现性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	54
$> 0.001 \leq 0.01$	46
$> 0.01 \leq 0.1$	34
$> 0.1 \leq 1$	25
> 1	19