

中华人民共和国国家标准

GB 23200.42—2016

代替SN/T 1017.9—2004

食品安全国家标准
粮谷中氟吡禾灵残留量的检测方法

National food safety standards—

Determination of haloxyfop residue in cereal

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 1017.9-2004《进出口粮谷中氟吡禾灵残留量检验方法》。

本标准与SN/T 1017.9-2004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“进出口粮谷”改为“粮谷”。

—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 1017.9-2004。

食品安全国家标准

粮谷中氟吡禾灵残留量的检测方法

1 范围

本标准规定了粮谷中氟吡禾灵残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。
本标准适用于大米中氟吡禾灵残留量的检验,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

用磷酸和丙酮提取试样中的氟吡禾灵,提取液用三氯甲烷萃取,再通过液液分配净化。然后经五氟溴甲苯衍生后过硅胶小柱净化,用带电子俘获检测器的气相色谱仪进行测定,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 三氯甲烷(CHCl_3):重蒸馏。

4.1.2 无水乙醚($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$):重蒸馏。

4.1.3 正己烷(C_6H_{14}):农残分析用。

4.1.4 丙酮($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$):重蒸馏。

4.1.5 二氯甲烷(CH_2Cl_2):重蒸馏。

4.1.6 磷酸(H_3PO_4)。

4.1.7 三乙胺($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{N}$)。

4.1.8 甲苯(C_7H_8)。

4.1.9 盐酸(HCl)。

4.1.10 无水硫酸钠(Na_2SO_4):无水硫酸钠在650℃烘4小时,放入干燥器内备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 磷酸盐溶液:1g氢氧化钠和17g磷酸氢二钠,以水溶解,稀释至500mL。

4.2.2 五氟溴甲苯(PFBBr)衍生化试剂:100 μL五氟溴甲苯溶于4.9 mL甲苯中。

4.3 标准品

4.3.1 氟吡禾灵标准品:含量≥99.5%。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 氟吡禾灵标准溶液:准确称取适量的氟吡禾灵标准品,用甲醇配成0.1mg/mL的贮备液,根据需要稀释成适当浓度的标准工作液。

4.5 材料

4.5.1 硅胶小柱:3 mL,使用前在小柱上端装入1cm高的无水硫酸钠,并用二抓甲烷—正己烷(1585)溶液3 mL预淋洗。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪带有电子俘获检测器(ECD)。

- 5.2 快速混匀器。
- 5.3 离心机：4 000 r/min。
- 5.4 多功能微量化学样品处理仪或其他相当的仪器。
- 5.5 具塞离心管：5 mL。
- 5.6 离心管：5 mL，15 mL。
- 5.7 尖嘴吸管。
- 5.8 微量可调移液管：50 μ L，200 μ L，1 000 μ L。
- 5.9 微量注射器：10 μ L。
- 5.10 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

将样品按四分法缩分至 1 kg，全部磨碎并通过 40 目筛，混匀，均分成两份，装入洁净的容器内，密封，标明标记。在抽样和制样过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

6.2 试样保存

将试样于-5℃以下避光保存。

7 分析步骤

7.1 提取与净化

称取0.5g均匀试样(精确至0.001g)于15mL小试管中,加入2mL磷酸和1mL丙酮,在混匀器中快速混匀2 min,离心5 min(3000 r/min),用尖嘴吸管将磷酸-丙酮提取液转入另一试管中,再重复萃取一次残渣。合并磷酸-丙酮提取液,加入无水硫酸钠至饱和,用3×2 mL三氯甲烷萃取,静置分层,用尖嘴吸管将三氯甲烷萃取液转入另一试管中,加入2mL磷酸盐溶液,在混匀器中快速混匀 2 min.,离心5min(3000 r/min),分出水相,再用2×2mL磷酸盐溶液提取三氯甲烷层两次,合并水相,用1:1的盐酸调水相PH值小于2.0,加入过量的无水硫酸钠至饱和,然后用3×2 mL无水乙醚萃取水相,静置分层后用尖嘴吸管将无水乙醚溶液转入一具塞离心管中,于多功能微量化学样品处理仪或其他相当的仪器上50℃通氮气吹干。

7.2 衍生

向盛有残余物(7.1)的具塞离心管中,加入100 μ L五氟溴甲苯衍生剂和2 μ L三乙胺,具塞混匀30 s,于多功能微量化学样品处理仪或其他相当的仪器上90℃反应1小时,50℃用氮气吹至近干,加 1mL二氯甲烷-正己烷(15+85)溶液溶解残渣。取适量的标准工作液于多功能微量化学样品处理仪或其他相当的仪器上50℃通氮气吹干,按同样步骤衍生。

7.3 硅胶柱净化

将7.2中的衍生物用3×1m L二氯甲烷-正己烷(15+85)溶液转到硅胶小柱上,用3 mL二氯甲烷-正己烷(15+85)溶液淋洗,弃去淋洗液.再用4 mL二氯甲烷洗脱,于50℃通氮气吹至近干,加入1.0 mL正己烷定容,供气相色谱分析。

7.4 测定

7.4.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱:HP-5柱,规格:30m×0.32mm(内径)×0.25 μ m,或相当者;
- b) 柱温:100℃(1min.) $\xrightarrow{30^{\circ}\text{C}/\text{min.}}$ 150℃(1min.) $\xrightarrow{3^{\circ}\text{C}/\text{min.}}$ 260℃(20min.);
- c) 进样口温度:250℃;
- d) 检测器温度:280℃;
- e) 载气:氮气:纯度 \geq 99.999%,流量3 mL/min,尾吹气30mL/min.;
- f) 进样方式:无分流进样;
- j) 进样量:1 μ L。

7.4.2 色谱测定

根据样液中氟吡禾灵含量情况,选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中衍生后氟吡禾灵响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作溶液和样液等体积参插进样测定,在上述色谱条件下,衍生后的氟吡禾灵保留时间约为28 min。

7.5 空白试验

除不加标样外,按上述测定步骤进行。

8 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(2)计算试样中氟吡禾灵残留量。

$$X = \frac{h \cdot c \cdot V}{h_s \cdot m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——样品中氟吡禾灵含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

h ——样液中氟吡禾灵的峰高,单位为毫米(mm);

h_s ——标准工作溶液中氟吡禾灵的峰高,单位为毫米(mm);

c ——标准工作溶液中氟吡禾灵的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——称取的试样量,单位为克(g);

V ——样液最终定容体积,单位为微升(μL)。

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

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

本方法测定氟吡禾灵的定量限为0.02 mg/kg。

10.2 回收率

添加浓度在0.02 mg/kg~1.0 mg/kg时,回收率在79%~101%之间。

附录 A
(资料性附录)
氟吡禾灵标准衍生物气相色谱图

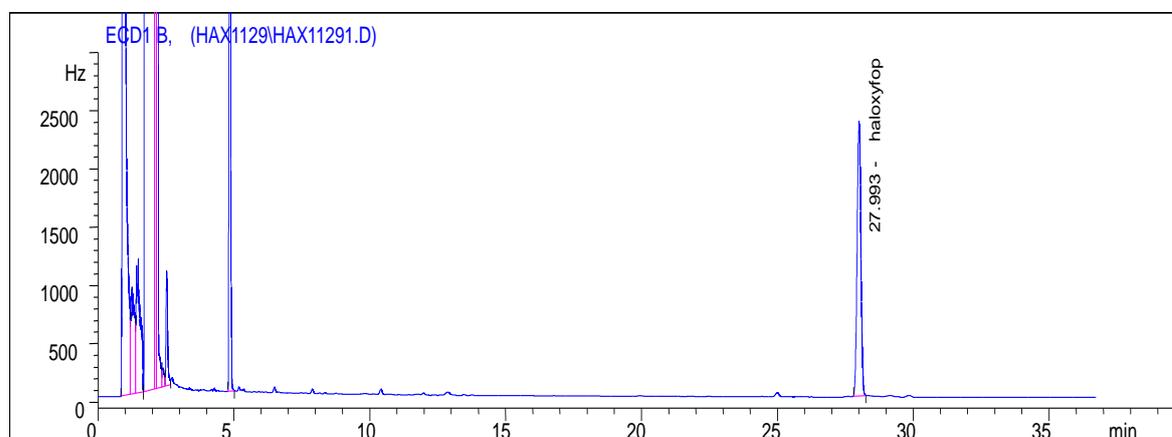


图 A.1 氟吡禾灵标准衍生物气相色谱图

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