



中华人民共和国国家标准

GB 23200.19—2016

食品安全国家标准 水果和蔬菜中阿维菌素残留量的测定 液相色谱法

National food safety standards—
Determination of abamectin 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 发 布
国家食品药品监督管理总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN/T 2114—2008《进出口水果和蔬菜中阿维菌素残留量检测方法 液相色谱法》。
与 SN/T 2114—2008 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“进出口水果和蔬菜”改为“水果和蔬菜”;
- 标准范围中增加“其他食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN/T 2114—2008。

食品安全国家标准

水果和蔬菜中阿维菌素残留量的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了水果和蔬菜中阿维菌素检测的制样和液相色谱检测方法。

本标准适用于苹果和菠菜中阿维菌素残留量的检测。其他食品可参照执行。

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 方法提要

试样中的阿维菌素用丙酮提取,经浓缩后,用 SPE C_{18} 柱净化,并用甲醇洗脱。洗脱液经浓缩、定容和过滤后,用配有紫外检测器的高效液相色谱测定,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 丙酮(C_3H_6O):色谱纯。

4.1.2 甲醇(CH_4O):色谱纯。

4.2 标准品

阿维菌素标准品(分子式 $C_{48}H_{72}O_{14}$):纯度 $\geq 96.0\%$ 。

4.3 标准溶液配制

4.3.1 阿维菌素标准储备液:称取 0.1 g(准确至 0.000 1 g)阿维菌素标准品于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度配制浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液。

4.3.2 阿维菌素标准工作液:根据需要移取适量的阿维菌素标准储备液,用甲醇稀释成适当浓度的标准。标准工作液需每周配制一次。

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 0.000 1 g。

5.3 组织捣碎机。

5.4 振荡器。

5.5 旋转蒸发器。

5.6 固相萃取柱:SPE C_{18} 。规格:3 mL/60 mg,使用前用 5 mL 甲醇和 5 mL 水活化。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

将所取样品缩分出 1 kg, 取样部位按 GB 2763 的规定执行。样品经组织捣碎机捣碎, 均分为 2 份, 装入洁净容器内, 作为试样密封并标明标记。在抽样和制样的操作过程中, 应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 -18°C 以下保存。

7 分析步骤

7.1 提取

称取试样 20 g (精确至 0.1 g) 于 100 mL 具塞锥形瓶中, 加入 50 mL 丙酮, 于振荡器上振荡 0.5 h 用布氏漏斗抽滤, 用 20 mL 丙酮 2 次洗涤锥形瓶及残渣。合并丙酮提取液, 于 40°C 水浴旋转蒸发至约 2 mL。

7.2 净化

将上述的浓缩提取液完全转入 SPE C_{18} 柱, 再用 5 mL 水淋洗, 去掉淋洗液。最后用 5 mL 甲醇洗脱, 收集洗脱液, 用氮气吹至近干。准确加入 1.0 mL 甲醇溶解残渣, 用 $0.45\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤, 滤液供液相色谱测定。外标法定量。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱参考条件

- 色谱柱: ODS- C_{18} 反相柱, $4.6\ \text{mm} \times 125\ \text{mm}$;
- 流动相: 甲醇: 水 = (90+10, 体积比);
- 流速: $1.0\ \text{mL}/\text{min}$;
- 检测波长: $245\ \text{nm}$;
- 柱温: 40°C ;
- 进样量: $20\ \mu\text{L}$ 。

7.3.2 色谱测定

根据样液中阿维菌素含量情况, 选定峰高相近的标准工作液和样液中阿维菌素响应值均应在仪器检测线性范围内, 标准工作液和样液等体积参插进样。在上述色谱条件下, 阿维菌素保留时间约为 5.3 min。

标准色谱图参见附录 A, 标准品紫外光谱图参见附录 B。

7.4 空白试验

除不加试样外, 均按照 7.1~7.3 的规定执行。

8 结果计算与表述

用色谱数据处理机, 或按式(1)计算试样中阿维菌素残留量。

$$X = h \cdot c \cdot V / h_s \cdot m \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X —— 试样中阿维菌素残留量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);
- h —— 样液中阿维菌素峰高, 单位为毫米 (mm);
- h_s —— 标准工作液中阿维菌素峰高, 单位为毫米 (mm);
- c —— 标准工作液中阿维菌素浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——最终样液代表的试样量,单位为克(g)。

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 2 位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下获得的 2 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。

9.2 在再现性条件下获得的 2 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 D 的要求。

10 定量限和回收率

10.1 定量限

本方法的定量限为 0.01 mg/kg。

10.2 回收率

10.2.1 苹果中添加阿维菌素的浓度和回收率的实验数据:

- a) 在 0.01 mg/kg 时,回收率为 82.5%;
- b) 在 0.05 mg/kg 时,回收率为 87.5%;
- c) 在 0.50 mg/kg 时,回收率为 95.0%。

10.2.2 菠菜中添加阿维菌素的浓度和回收率的实验数据:

- a) 在 0.01 mg/kg 时,回收率为 83.0%;
- b) 在 0.05 mg/kg 时,回收率为 89.0%;
- c) 在 0.50 mg/kg 时,回收率为 97.0%。

附 录 A
(资料性附录)
阿维菌素标准溶液图谱

阿维菌素标准溶液图谱见图 A.1。

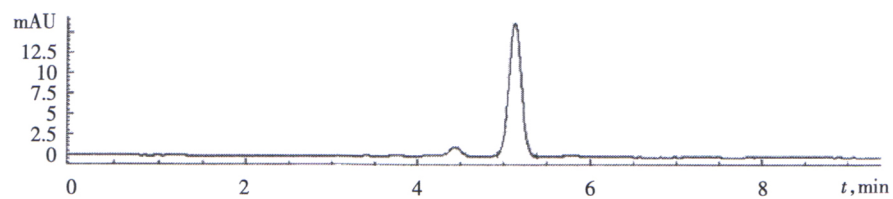


图 A.1 阿维菌素标准溶液图谱

附 录 B
(资料性附录)
阿维菌素标准溶液紫外光谱图

阿维菌素标准溶液紫外光谱图见图 B.1。

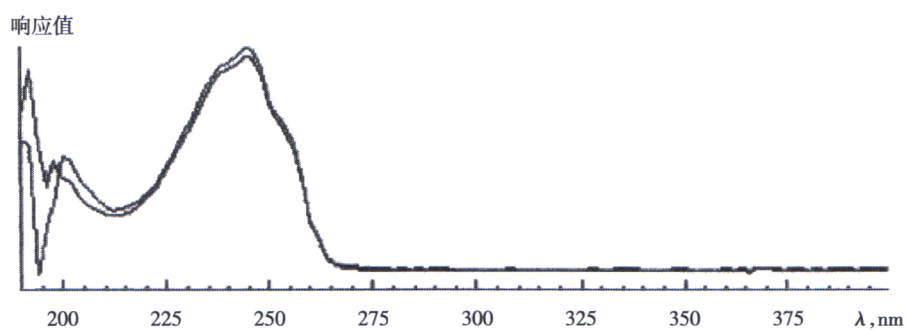


图 B.1 阿维菌素标准溶液紫外光谱图

附 录 C
(规范性附录)
实验室内重复性要求

实验室内重复性要求见表 C.1。

表 C.1 实验室内重复性要求

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

附 录 D
(规范性附录)
实验室间再现性要求

实验室间再现性要求见表 D. 1。

表 D. 1 实验室间再现性要求

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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 安 全 国 家 标 准
水 果 和 蔬 菜 中 阿 维 菌 素 残 留 量 的 测 定
液 相 色 谱 法

GB 23200.19—2016

* * *

中 国 农 业 出 版 社 出 版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)

北京印刷一厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2017 年 6 月第 1 版 2017 年 6 月北京第 1 次印刷

书号: 16109·4108

定价: 18.00 元



GB 23200.19—2016

版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 65005894