



中华人民共和国国家标准

GB 23200.29—2016

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 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 1977—2007《进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》。

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 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

1 范围

本标准规定了水果和蔬菜中唑螨酯残留量的液相色谱检测方法。

本标准适用于柑橘、白菜中唑螨酯残留量的检测；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 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℃灼烧 4 h，在干燥器中冷却至室温，储于密封瓶中备用。

4.2 溶液配制

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

唑螨酯标准品(Fenpyroximate, CAS 号:111812-58-9)：纯度 $\geq 99\%$ 。

4.4 标准溶液配制

唑螨酯标准储备液：准确称取适量唑螨酯标准品，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

中性氧化铝固相萃取柱：3 mL/1 000 mg。

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 均质器：5 000 r/min。

5.4 离心机:4 000 r/min。

5.5 旋转蒸发仪。

5.6 氮吹仪。

5.7 涡旋振荡器。

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 的规定执行,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。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。

6.2 试样保存

试样于 0℃~4℃保存。

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。4 000 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 mL 正己烷—乙酸乙酯(2+8)洗涤 3 次浓缩瓶,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

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

7.3.2 色谱测定与确证

根据试液中啉酯含量的情况,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,啉酯的参考保留时间为 9.8 min。啉酯标准品液相色谱图参见图 A.1。

7.4 空白实验

除不加试样外,均按 7.1~7.3 的规定执行。

8 结果计算和表述

用色谱数据处理软件或按式(1)计算试样中啉酯的残留含量。

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

式中:

- X —— 试样中唑螨酯的残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 A —— 样液中唑螨酯的峰面积;
 A_s —— 标准工作液中唑螨酯的峰面积;
 c —— 标准工作液中唑螨酯的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 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)。

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 B 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 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 柑橘中唑螨酯添加浓度及回收率:

- 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:

- 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)
唑螨酯标准品液相色谱图

唑螨酯标准品液相色谱图见图 A.1。

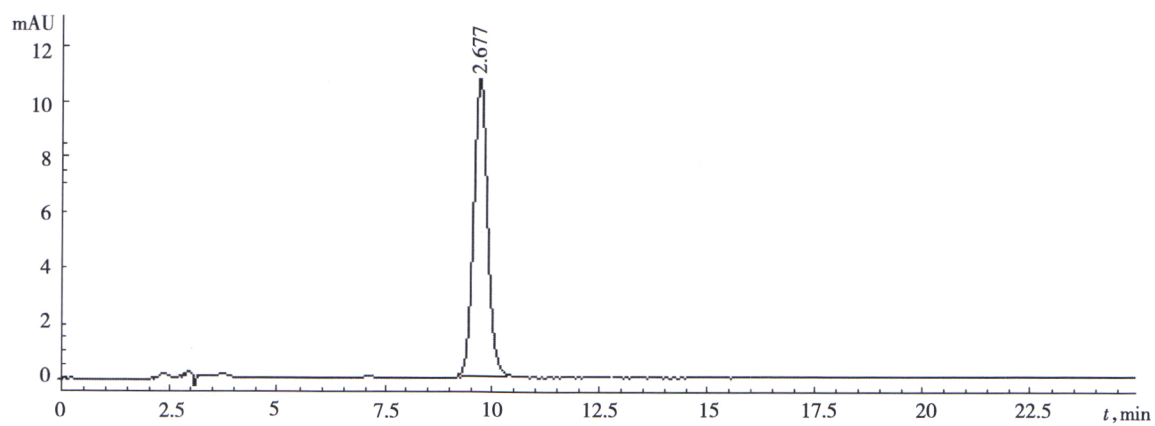


图 A.1 唑螨酯标准品液相色谱图

附 录 B
(规范性附录)
实验室内重复性要求

实验室内重复性要求见表 B. 1。

表 B. 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 C
(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 C.1。

表 C.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 唑 磷 酯 残 留 量 的 测 定
液 相 色 谱 法

GB 23200.29—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: 16109·4118

定 价: 18.00 元



GB 23200.29—2016

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话: (010) 65005894