



中华人民共和国国家标准

GB 23200.18—2016

食品安全国家标准 蔬菜中非草隆等 15 种取代脲类除草剂 残留量的测定 液相色谱法

National food safety standards—
Determination of 15 substituted urea herbicides in 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 NY/T 1726—2009《蔬菜中非草隆等 15 种取代脲类除草剂残留量的测定 液相色谱法》。与 NY/T 1726—2009 相比,主要变化如下:

- 对标准名称进行了修改,增加了食品安全国家标准部分;
- 根据食品安全标准的格式进行了修改;
- 规范性引用文件中增加 GB 2763《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》标准;
- 在试样制备中增加了取样部位的规定及细化了试样制备的要求;
- 增加了精密度要求。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- NY/T 1726—2009。

食品安全国家标准

蔬菜中非草隆等 15 种取代脲类除草剂残留量的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了蔬菜中非草隆、丁噻隆、甲氧隆、灭草隆、绿麦隆、氟草隆、异丙隆、敌草隆、绿谷隆、溴谷隆、炔草隆、环草隆、利谷隆、氯溴隆和草不隆 15 种取代脲类除草剂残留量液相色谱法测定方法。

本标准适用于蔬菜中上述 15 种取代脲类除草剂残留量的测定。

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。凡是注日期的应用文件,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

试样经乙腈匀浆提取,提取液经盐析,过弗罗里硅土固相萃取柱净化。样品经浓缩后,进液相色谱,经 C_{18} 分离后,样品过光解反应器分解成伯胺,与 OPA 反应生成荧光物质。在激发波长 350 nm,发射波长 450 nm 处测定,根据保留时间定性、外标法定量。

4 试剂和材料

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

4.1 试剂

4.1.1 乙腈(CH_3CN)。

4.1.2 甲醇(CH_3OH)。

4.1.3 丙酮(C_2H_5CO)。

4.1.4 正己烷(C_6H_{14})。

4.1.5 异丙醇(C_3H_8OH)。

4.1.6 氯化钠($NaCl$,分析纯):140℃烘烤 4 h,在干燥器内冷却至室温,储于干燥器中备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 四硼酸钠溶液(4.0 g/L):称取 7.5 g 四硼酸钠($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$),用水溶解并稀释至 1 000 mL。

4.2.2 邻苯二甲醛的甲醇溶液(10 g/L):称取 1.0 g 邻苯二甲醛($C_8H_6O_2$),用甲醇溶解并稀释至 100 mL。

4.2.3 巯基乙醇溶液(200 g/L):称取 20.0 g 巯基乙醇 $[(CH_3)_2N(CH_2)_2SH \cdot HCl]$,用四硼酸钠溶液溶解稀释至 100 mL。

4.2.4 柱后衍生试剂:吸取 5 mL 邻苯二甲醛溶液和 5 mL 巯基乙醇溶液,加入到 500 mL 四硼酸钠溶液中。

4.3 标准品

15种农药标准品,纯度 $\geq 95\%$ 。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 单一农药标准溶液:分别准确称取各农药标准品,用异丙醇溶解稀释,逐一配成1 000 mg/L的单一农药标准储备溶液, -18°C 以下储存。使用时根据各农药的响应值,吸取适量的标准储备液,用乙腈稀释配制成所需的标准工作溶液。

4.4.2 混合农药标准溶液:根据各农药的响应值,逐一吸取一定体积的各农药标准储备液分别注入同一容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,配制成农药混合标准储备溶液。使用前,用乙腈稀释成所需的标准工作液。混合标准工作溶液质量浓度参见附录A。

4.5 材料

弗罗里硅土固相萃取小柱:填充物1 000 mg,容积6 mL。

5 仪器

5.1 液相色谱仪:附荧光检测器。

5.2 带紫外光解的柱后衍生装置,紫外灯,波长254 nm,4 W;光解反应管,长度3 m,管内径0.5 mm。连接示意图参见附录B。

5.3 高速匀浆机,转速 $>10\,000\text{ r/min}$ 。

5.4 氮吹仪。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

将蔬菜样品按GB 2763的规定取样,对于个体较小的样品,取样后全部处理;对于个体较大的基本均匀样品,可在对称轴或对称面上分割或切成小块后处理;对于细长、扁平或组分含量在各部分有差异的样品,可在不同部位切取小片或截成小段或处理;取后的样品将其切碎,充分混匀,用四分法取样或直接放入组织捣碎机中捣碎成匀浆。匀浆放入聚乙烯瓶中于 $-20^{\circ}\text{C}\sim-16^{\circ}\text{C}$ 条件下保存。

6.2 提取

称取25 g试样(精确到0.01 g)于150 mL锥形烧瓶中,加入50.0 mL乙腈,用高速匀浆机10 000 r/min匀浆2 min后用滤纸过滤。滤液收集到装有5 g~7 g氯化钠的100 mL具塞量筒中,收集滤液30 mL~40 mL,盖上盖子,剧烈振荡1 min,静置20 min,使乙腈相和水相分层。

6.3 净化

吸取上述上层提取液10 mL于20 mL离心管中,于 50°C 用氮气缓慢吹干后,加入2.0 mL正己烷溶解残渣。将弗罗里硅土固相萃取小柱依次用5 mL丙酮—正己烷溶液(4+6),5 mL正己烷预淋洗条件化,当溶剂液面到达柱吸附层表面时,立即加入样品溶液,用15 mL离心管收集洗脱液,用5 mL丙酮—正己烷溶液(4+6)洗20 mL离心管后过弗罗里硅土柱,并重复一次。将15 mL离心管置于 50°C 水浴中,用氮气缓慢吹干后,加入2.5 mL乙腈振荡溶解残渣,再加入2.5 mL水,振摇后,过 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜,待测。

6.4 色谱参考条件

6.4.1 色谱柱: C_{18} 柱, $5.0\text{ }\mu\text{m}$, $250\text{ mm}\times 4.6\text{ mm}$,或相当者。

6.4.2 柱温: 25°C 。

6.4.3 荧光检测器: $\lambda_{\text{ex}}\ 350\text{ nm}$, $\lambda_{\text{em}}\ 450\text{ nm}$ 。

6.4.4 进样量: $20\text{ }\mu\text{L}$ 。

- 6.4.5 流速:0.75 mL/min。
- 6.4.6 流动相梯度:见表1。
- 6.4.7 柱后衍生试剂:流速0.2 mL/min。
- 6.4.8 光解温度:室温。
- 6.4.9 衍生温度:室温。

表1 流动相梯度

时间 min	乙腈 %	水 %
0:00	30	70
15:00	50	50
30:00	90	10
32:00	90	10
32:50	30	70
42:00	30	70

6.5 测定

按照仪器条件,对标准工作溶液和试样溶液等体积交替进样,根据保留时间定性,外标法定量。同时,做试剂空白。

7 结果计算

样品中被测农药残留量以质量分数 ω 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算。

$$\omega = \frac{c \times A_1 \times V_1 \times V}{m \times A_2 \times V_2} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——标准溶液中各农药的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

A_1 ——样品测定液中各农药的峰面积;

A_2 ——标准溶液中各农药的峰面积;

V ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——样品提取液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取乙腈提取液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

1 000——换算系数。

计算结果应扣除空白值,计算结果以重复性条件下获得的2次独立测定结果的算术平均值表示,保留2位有效数字。含量超1 mg/kg时,表示到3位有效数字。

8 精密度

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。

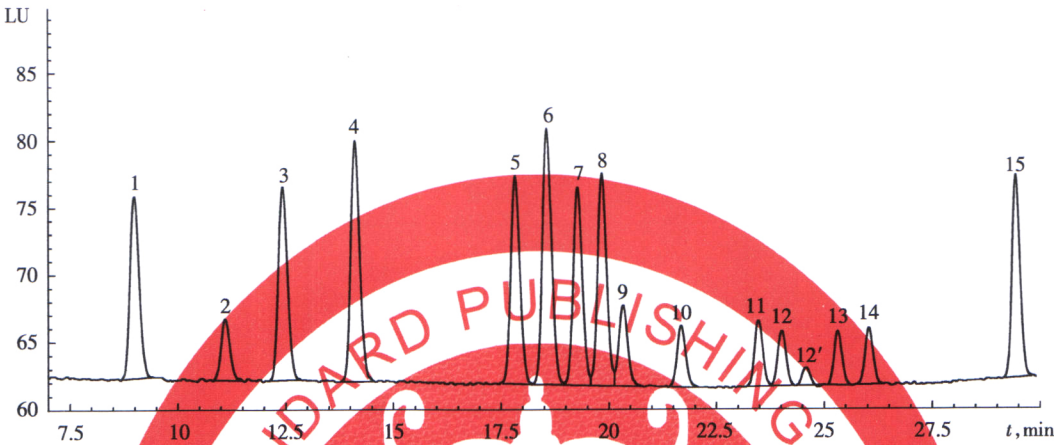
在再现性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值(百分率),应符合附录D的要求。

9 定量限

本标准方法定量限参见附录A。

10 色谱图

15 种取代脲类除草剂标准物质色谱图见图 1。



说明:

- | | | |
|--------|---------|--------------|
| 1—非草隆; | 6—氟草隆; | 11—炔草隆; |
| 2—丁噻隆; | 7—异丙隆; | 12, 12'—环草隆; |
| 3—甲氧隆; | 8—敌草隆; | 13—利谷隆; |
| 4—灭草隆; | 9—绿谷隆; | 14—氯溴隆; |
| 5—绿麦隆; | 10—溴谷隆; | 15—草不隆。 |

图 1 15 种取代脲类除草剂标准物质色谱图

附 录 A
(资料性附录)

15 种取代脲类除草剂的中文名称、英文名称、保留时间、方法定量限和混合标准溶液浓度

表 A.1 给出了用液相色谱仪分析的 15 种取代脲类除草剂的中文名称、英文名称、保留时间、检出限和混合标准溶液浓度等信息。

表 A.1 15 种取代脲类除草剂的中文名称、英文名称、保留时间、方法定量限和混合标准溶液浓度

序号	中文名称	英文名称	保留时间 min	混合标准溶液浓度 mg/L	方法定量限 mg/kg
1	非草隆	fenuron	8.992	0.50	0.03
2	丁噻隆	tebuthiuron	11.093	2.00	0.15
3	甲氧隆	metoxuron	12.429	0.50	0.015
4	灭草隆	monuron	14.118	0.25	0.015
5	绿麦隆	chlortoluron	17.832	0.50	0.015
6	氟草隆	fluometuron	18.568	0.50	0.015
7	异丙隆	isoproturon	19.278	0.25	0.015
8	敌草隆	diuron	19.842	0.50	0.015
9	绿谷隆	monolinuron	20.335	0.50	0.03
10	溴谷隆	metobromuron	21.678	0.50	0.06
11	炔草隆	buturon	23.474	0.50	0.03
12	环草隆 I	siduron I	24.022	1.00	0.06
	环草隆 II	siduron II	24.581		
13	利谷隆	linuron	25.319	0.50	0.03
14	氯溴隆	chlorbromuron	26.038	1.00	0.06
15	草不隆	neburon	29.446	0.50	0.015

附录 B
(资料性附录)

15 种取代脲类除草剂残留测定的示意图

15 种取代脲类除草剂残留测定的示意图见图 B.1。

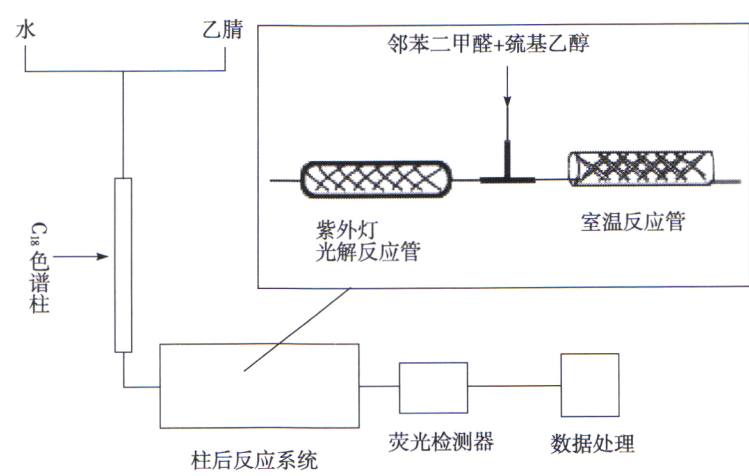


图 B.1 15 种取代脲类除草剂残留测定的示意图

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
蔬 菜 中 非 草 隆 等 15 种 取 代 脲 类 除 草 剂
残 留 量 的 测 定
液 相 色 谱 法

GB 23200.18—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 1 字 数 20 千 字
2017 年 6 月 第 1 版 2017 年 6 月 北 京 第 1 次 印 刷
书 号: 16109·4107
定 价: 24.00 元



GB 23200.18—2016

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