

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 23200.25—2016

代替SN/T 1115—2002

食品安全国家标准  
水果中噁草酮残留量的检测方法

National food safety standards—

Determination of oxadiazon residue in fruits

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 1115-2002 《进出口水果中噁草酮残留量的检验方法》。

本标准与SN/T 1115-2002，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”改为“水果”；

—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 1115-2002。

# 食品安全国家标准

## 水果中噁草酮残留量的检测方法

### 1 范围

本标准规定了水果中噁草酮残留量检验的抽样、制样和气相色谱-质谱测定及确证方法。

本标准适用于柑桔、苹果中噁草酮残留量的检验，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 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。

#### 3.1 试剂

3.1.1 苯（ $C_6H_6$ ）：重蒸馏。

3.1.2 正己烷（ $C_6H_{14}$ ）：重蒸馏。

3.1.3 氯化钠（NaCl）。

3.1.4 无水硫酸钠（ $Na_2SO_4$ ）：经过 650℃ 灼烧 4h，置于干燥器中备用。

#### 3.2 溶液配制

3.2.1 苯-正己烷溶液（1+1）：取 100 mL 苯，加入 100 mL 正己烷，摇匀备用。

3.2.2 苯-正己烷溶液（2+1）：取 200 mL 苯，加入 100 mL 正己烷，摇匀备用。

#### 3.3 标准品

3.3.1 噁草酮标准品：纯度 $\geq 99\%$ 。

#### 3.4 标准溶液配制

3.4.1 噁草酮储备液：准确称取适量噁草酮标准品，用少量正己烷溶解，并以正己烷配制浓度为 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准储备液。根据需要再用正己烷将标准储备液稀释成适当浓度的标准工作液。

#### 3.5 材料

3.5.1 活性炭小柱：SUPELLEAN ENVI-CARB 小柱，125 mg, 3 mL 或相当者。

### 4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪，配质量选择性检测器。

4.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g

4.3 固相萃取装置，带真空泵。

4.4 离心机：3000r / min。

4.5 涡旋混匀器。

4.6 离心管：15mL。

4.7 刻度试管：15mL。

4.8 微量注射器：10 $\mu\text{L}$ 。

## 5 试样制备与保存

### 5.1 试样制备

将所取原始样品缩分出 1kg，取样部位按 GB 2763 附录 A 执行，经组织捣碎机捣碎，均分成两份，装入洁净容器内，作为试样。密封，并标明标记。

### 5.2 试样保存

将试样于-18℃以下冷冻保存。

注：在抽样和制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

## 6 分析步骤

试样中噁草酮残留物用苯-正己烷提取，然后过活性炭小柱净化，用配有质量选择性检测器的气相色谱仪测定及确证，外标法定量。

### 6.1 提取

准确称取 2.0 g 均匀试样(精确至 0.001g)于 15mL 离心管中，加入 1g 氯化钠，于混匀器上混匀 30 s，加入 2 mL 苯-正己烷混合溶液在混匀器上充分混匀 3 min，于 2 500 r/min 离心 2 min，将上清液移动到另一 15 mL 刻度试管中，残渣再分别用 2 mL 苯-正己烷混合溶液重复提取 2 次，合并提取液，加入 1.0 g 无水硫酸钠使之干燥。

### 6.2 净化

将活动碳小柱安装固相萃取的真空抽滤装置上，用 1mL×3 苯先预淋洗小柱，保持流速为 0.5 mL/min。弃去洗脱液。将样品提取液加到小柱上，再用 1.5mL×3 苯-正己烷混合溶液洗涤试管并一起转移到小柱中，收集全部洗脱液，在 45℃下。空气流吹至近干，用正己烷溶解残渣并定容于 0.50mL，供 CC/MSD 分析。

### 6.3 测定

#### 6.3.1 气相色谱-质谱参考条件

- a) 色谱柱：石英毛细管柱 HP-5, 25 m×0.2 mm(内径)，膜厚 0.33 μm，或相当者；
- b) 色谱柱温度：100℃保持 1min，以 5℃/min 上升至 200℃，再以 10℃/min，上升至 280℃，保持 5min；
- c) 进样口温度：280℃；
- d) 色谱-质谱接口温度：250℃；
- e) 载气：氮气，纯度≥99.995%，0.6 mL/min；
- f) 进样量：1μL；
- g) 进样方式：无分流进样，1min 后开阀；
- h) 电离方式：EI；
- i) 电离能量：70 eV；
- j) 测定方式：选择离子检测方式 (SIM)；
- k) 检测离子 (m/z)：177、258、344；
- l) 溶剂延迟：20min。

#### 6.3.2 色谱测定

根据样液中噁草酮的含量，选定峰面积相近的标准工作溶液，标准工作溶液和样液中噁草酮的响应值均应在仪器检测的线性范围内，对标准工作液和样液等体积参插进样测定，在上述色谱条件下，噁草酮的保留时间约为 25.95 min，标准品 SIM 色谱图及全扫描质谱图见附录 A 中图 A.1、A.2。

#### 6.3.3 质谱确证

对标准溶液及样液均按 6.3.2 规定的条件进行测定，如果样液中与标准溶液相同的保留时间有峰出现，则对其进行质谱确证。在上述气相色谱-质谱条件下，噁草酮的保留时间约

为 25.95 min, 监测离子强度比 (m/z) 258:177:344-(65±10):100:(16±2)。

#### 6.4 空白实验

除不加试样外, 均按上述测定步骤进行。

### 7 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按下式 (1) 计算试样中的噁草酮的含量:

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

式中:  $X$ —试样中噁草酮的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

$A$ —试样中噁草酮的峰面积;

$C_s$ —标准工作液中噁草酮的浓度, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );

$A_s$ —标准工作液中噁草酮的峰面积;

$V$ —试样最终定容体积, 单位为毫升 (mL);

$m$ —最终样液所代表的试样量, 单位为克 (g);

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。

### 8 精密度

8.1 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 C 的要求。

8.2 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 D 的要求。

### 9 定量限和回收率

#### 9.1 定量限

本方法噁草酮的定量限为 0.010 mg/kg。

#### 9.2 回收率

当添加水平为 0.01mg/kg、0.05mg/kg、0.5mg/kg 时, 噁草酮在不同基质中的添加回收率参见附录 B。

附录 A  
(资料性附录)  
噁草酮标准品色谱和质谱图

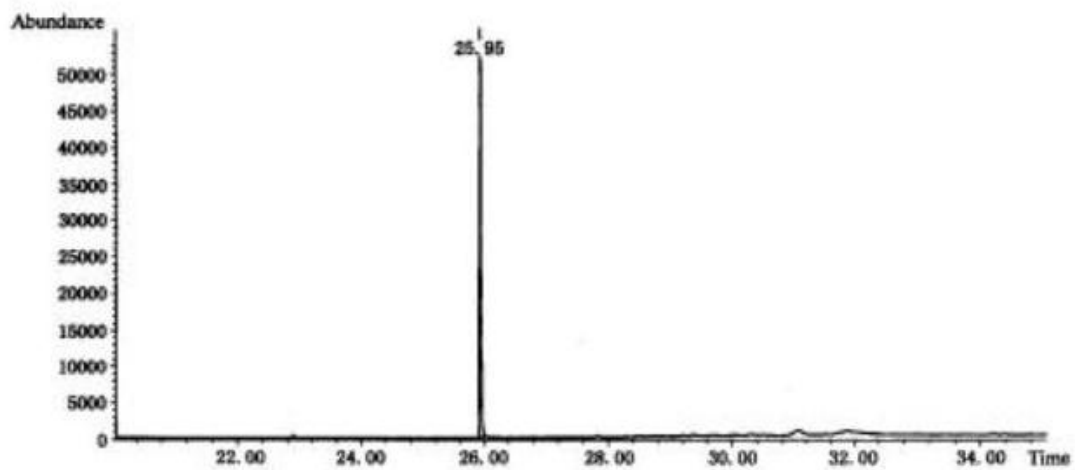


图 A A. 1 噁草酮标准品 SIM 色谱图

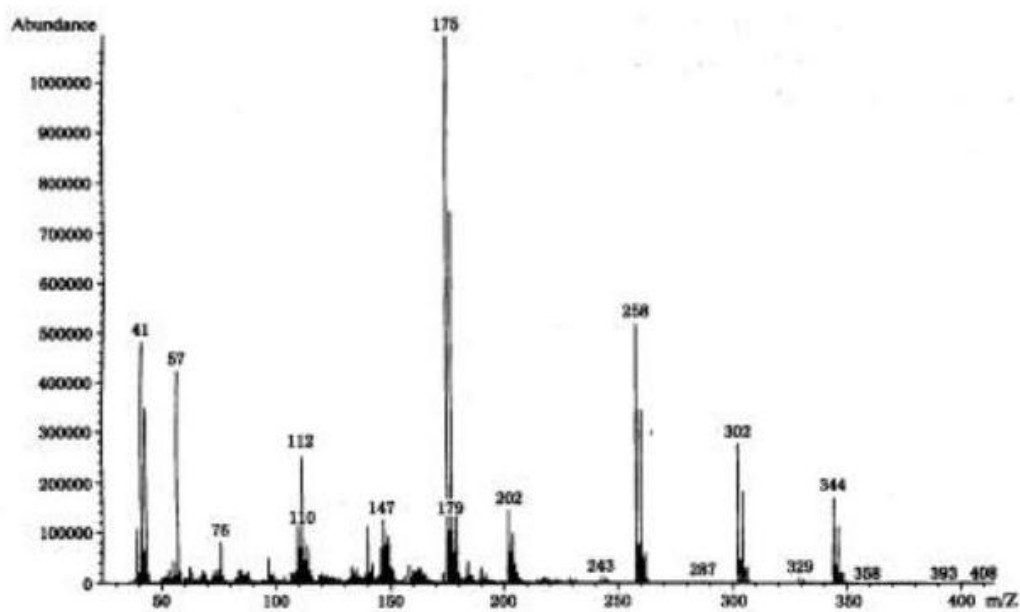


图 A A. 2 噁草酮标准品 SCAN 质谱图

**附录 B**  
**(资料性附录)**  
**不同基质中噁草酮的添加回收率**

**表 B.1 不同基质中噁草酮的添加回收率**

单位：%

农药名称	样品基质	
	柑橘	苹果
噁草酮	95.0-98.4	96.7-98.3

**附 录 C**  
**(规范性附录)**  
**实验室内重复性要求**

**表 C.1 实验室内重复性要求**

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



**附 录 D**  
**(规范性附录)**  
**实验室间再现性要求**

**表 D.1 实验室间再现性要求**

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

---