

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1275—2007

蔬菜、水果中吡虫啉残留量的测定

Determination of Imidacloprid Residual in Vegetables and Fruits

2007-04-17 发布

2007-07-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：农业部农产品质量监督检验测试中心（杭州）。

本标准主要起草人：朱亚红、王小骊、胡秀卿、吴珉、胡桂仙。

蔬菜、水果中吡虫啉残留量的测定

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱测定蔬菜和水果中吡虫啉残留量的方法。

本标准适用于蔬菜、水果中吡虫啉残留量的测定。

本方法检出限为 0.01 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

样品中吡虫啉用甲醇提取,提取液经氯化钠水溶液盐析,C18 固相萃取(SPE)小柱净化,高效液相色谱仪紫外检测器(UV)检测,根据保留时间定性,外标法定量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的至少二级的水。

- 4.1 甲醇。
- 4.2 甲醇,色谱纯。
- 4.3 二氯甲烷。
- 4.4 乙腈。
- 4.5 石油醚,沸程 60℃~90℃。
- 4.6 乙酸乙酯。
- 4.7 盐酸溶液[$c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$]:用浓盐酸对水稀释而成。
- 4.8 氯化钠水溶液[$w(\text{NaCl}) = 5\%$]:称取 5 g 氯化钠,加 100 mL 水溶解。
- 4.9 吡虫啉标准溶液:100 mg/L。
- 4.10 标准工作液:使用时用甲醇(4.2)稀释成质量浓度 0.05 mg/L~1.0 mg/L。
- 4.11 无水硫酸钠,200℃灼烧 2 h,冷却后置于干燥器中备用。

5 仪器

- 5.1 高效液相色谱仪带紫外检测器。
- 5.2 组织捣碎机。
- 5.3 高速匀浆机,1 000 r/min~10 000 r/min。
- 5.4 旋转蒸发器。
- 5.5 C18 固相萃取(SPE)小柱(500 mg,6 mL)。

6 试样制备

蔬菜、水果样品取可食部分切碎、混匀,组织捣碎机捣碎制成匀浆,放入低温冰箱(-16℃~-20℃)内贮藏备用。

7 分析步骤

7.1 提取

称取 20 g 试样,精确到 0.01 g,放入 250 mL 平底锥形瓶,用 100 mL 甲醇(4.1)浸泡 30 min 后在高速匀浆机匀浆提取,提取时间为 2 min~3 min,用布氏漏斗抽滤,滤液倒入 500 mL 分液漏斗,残渣倒回平底锥形瓶,再加 80 mL 甲醇(4.1),继续在高速匀浆机匀浆提取 1 min~2 min,用以上布氏漏斗过滤,滤液并入分液漏斗,加入 100 mL 氯化钠水溶液(4.8)、50 mL 石油醚(4.5)振摇,静止分层,下层水相放入另一分液漏斗,石油醚液用 50 mL 氯化钠水溶液(4.8)反萃取一次,弃去石油醚液,合并水溶液。在水溶液中加入 0.5 mL 盐酸溶液(4.7),摇匀,再分别加入 40 mL、20 mL 和 20 mL 二氯甲烷(4.3)分三次萃取,二氯甲烷液用无水硫酸钠(4.11)脱水,过滤到 250 mL 平底烧瓶中。滤液在 40℃ 下减压浓缩至 1 mL~2 mL,再用氮气吹干。

7.2 净化

取 C18 固相萃取(SPE)小柱,用 10 mL 甲醇(4.1)预淋,用吸耳球排出柱中溶剂,用 10 mL 去离子水淋洗,再用吸耳球排出柱中水分。上述浓缩试样用 10 mL 石油醚+乙酸乙酯(8.5+1.5)分三次移入小柱,弃去淋洗液。再用石油醚+乙酸乙酯(3+7)淋洗,收集 10 mL,50℃ 下减压浓缩至 1 mL~2 mL,用氮气吹干,再用甲醇(4.2)定容 10 mL,待测。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱条件

7.3.1.1 色谱柱:C18 不锈钢柱,ODS 4.6 mm×250 mm×5 μm。

7.3.1.2 流动相:乙腈+水(40+60),流速:1.0 mL/min。

7.3.1.3 吸收波长:270 nm。

7.3.1.4 柱温:在 20℃~40℃ 范围内保持柱温恒定。

7.3.2 液相色谱测定

分别吸取 20 μL 标准溶液和试样溶液,注入液相色谱仪,以保留时间定性,根据试样峰面积,确定吡虫啉相近的标准工作液质量浓度,使响应值在仪器的检测线性范围内,用外标法定量。

7.4 空白试验

除不加试料外,均按上述步骤进行。

8 结果计算

试料中吡虫啉含量用质量分数 w 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算。

$$w = \frac{A_1 \times V_1 \times V_3 \times \rho}{A_2 \times V_2 \times V_4 \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——蔬菜、水果中吡虫啉(质量分数计)含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——标准溶液中吡虫啉质量浓度,单位为毫克每千克(mg/L);

A_1 ——试样中组分的峰面积或峰高,积分单位;

A_2 ——标准样中组分的峰面积或峰高,积分单位;

V_1 ——试样中提取的总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——净化用提取液的总体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——浓缩后甲醇定容体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——进样体积,单位为毫升(μ L);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字,含量超过 10 mg/kg 时保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

10 色谱图

标准溶液色谱图见图 1。

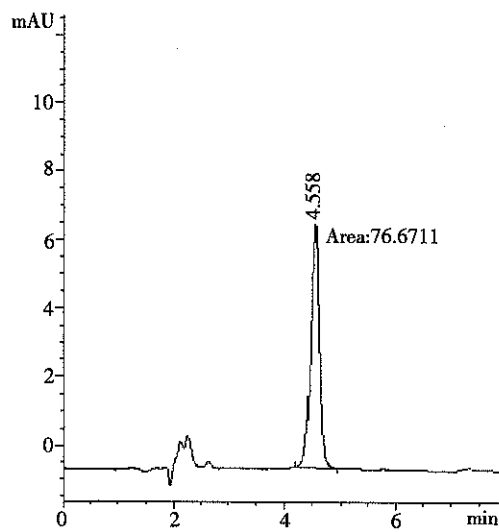


图 1 吡虫啉标准溶液色谱图(1.0 mg/L)