



中华人民共和国国家标准

GB 23200.95—2016

食品安全国家标准 蜂产品中氟胺氰菊酯残留量的检测方法

National food safety standards—
Determination of tau-fluvalinate residue in bees' products

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 0691—1997《出口蜂产品中氟胺氰菊酯残留量检验方法》。与 SN 0691—1997 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“出口蜂产品”改为“蜂产品”;
- 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 0691—1997。

食品安全国家标准

蜂产品中氟胺氰菊酯残留量的检测方法

1 范围

本标准规定了出口蜂产品中氟胺氰菊酯残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。
本标准适用于出口蜂蜜中氟胺氰菊酯残留量的检验,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

试样碱化后用正己烷—丙酮提取,提取液经蒸干后用乙腈和正己烷进行液液分配法净化,使被测物进入乙腈层。乙腈提取液再经蒸干,用正己烷溶解残渣,溶液供气相色谱法测定,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):重蒸馏。

4.1.2 氢氧化钠($NaOH$)水溶液:2 mol/L。

4.1.3 正己烷(C_6H_{14}):重蒸馏。

4.1.4 无水硫酸钠(Na_2SO_4):经 650℃灼烧 4 h,储于密封容器中备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 正己烷:用乙腈饱和过。

4.2.2 乙腈:用正己烷饱和过。

4.3 标准品

氟胺氰菊酯标准品:纯度 $\geq 97\%$ 。

4.4 标准溶液配制

准确称取适量的氟胺氰菊酯标准品,用正己烷配成浓度为 20 $\mu g/mL$ 的标准储备液,再根据需要用正己烷配成适当浓度的标准工作液。保存于 4℃ 冰箱内。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪,配有电子俘获检测器。

5.2 分析天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。

5.3 旋转蒸发器。

5.4 涡旋振荡器。

6 试样制备和保存

6.1 取样部位

样品取样部位按 GB 2763 的规定执行。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 试样制备

将取回样品充分搅匀,均分成 2 份,装入试样瓶中作为试样,密封,标明标记。如取回样品中有结晶析出,则将样品瓶密盖后,置于不超过 40℃ 的水浴中温热。待结晶全部融化后,启盖,充分搅匀,均分成 2 份,密封,并标明标记。

如属杯装蜂蜜,将取回的全部杯蜜倒在一起,充分搅匀,分取出约 1 kg 代表样品。再将 1 kg 代装性样品经搅匀后,均分成 2 份,装入试样瓶中作为试样。密封,标明标记。

6.3 试样保存

将试样于室温下保存。

7 分析步骤

7.1 提取

称取 20 g 试样(精确至 0.1 g),于一 125 mL 具塞锥形瓶中。加入 20 mL 氢氧化钠溶液(2 mol/L),振荡使试样溶解。倒入一 100 mL 分液漏斗中,加入 20 mL 正己烷和 10 mL 丙酮,振荡 5 min,静置分层。将正己烷层过滤于 200 mL 的梨形瓶中,于残液中再加入 20 mL 正己烷和 10 mL 丙酮,振荡 5 min,与上述同样操作一次。合并正己烷层于上述梨形瓶中,于 40℃ 以下旋转蒸发至刚干。

7.2 净化

用 30 mL 乙腈饱和正己烷及 30 mL 正己烷饱和乙腈淋洗梨形瓶,并溶解残渣。将溶液移入 100 mL 分液漏斗中,激烈振荡 5 min,静置分层。分取乙腈层于一 200 mL 分液漏斗中。在正己烷中再分 2 次,每次加入 30 mL 用正己烷饱和过的乙腈,重复上述操作。合并乙腈层于上述分液漏斗中。于分液漏斗中加入 50 mL 用乙腈饱和过的正己烷,激烈振荡 5 min,静置分层。分取乙腈层于一 200 mL 的梨形瓶中,在 40℃ 以下旋转蒸发至刚干。残渣用 5.0 mL 正己烷溶解,溶液供气相色谱法测定。

7.3 测定

7.3.1 色谱参考条件

- 色谱柱:石英毛细管柱,SE-54,25 m×0.53 mm(内径),膜厚 1.0 μm,或相当者;
- 载气:氮气,纯度≥99.99%,流速 5.7 mL/min;
- 辅助气:氮气,流速 60 mL/min;
- 柱温:220℃;
- 进样口温度:250℃;
- 检测器温度:300℃;
- 进样量:1 μL 220℃;
- 进样方式:不分流,0.75 min 后开阀。

7.3.2 色谱测定

根据样液中被测氟胺氰菊酯含量情况,选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中氟胺氰菊酯响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作溶液和样液等体积参插进样测定,在上述色谱条件下,氟胺氰菊酯保留时间约为 6.6 min,标准品色谱图参见图 A.1。

7.4 空白试验

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

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中氟胺氰菊酯残留含量。

$$X = \frac{h \cdot c \cdot V}{h_s \cdot m} \quad (1)$$

式中:

X —— 试样中氟胺氰菊酯残留含量;

h —— 样液中氟胺氰菊酯的峰高,单位为毫米(mm);

h_s —— 标准工作溶液中氟胺氰菊酯的峰高,单位为毫米(mm);

c —— 标准工作溶液中氟胺氰菊酯的浓度,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

本方法的定量限为0.02 mg/kg。

10.2 回收率

蜂蜜中氟胺氰菊酯的添加浓度及其回收率:

- a) 在0.02 mg/kg时,回收率为93.1%;
- b) 在0.10 mg/kg时,回收率为98.3%;
- c) 在1.0 mg/kg时,回收率为90.8%。

附 录 A
(资料性附录)
标 准 品 色 谱 图

氟胺氰菊酯标准品的气相色谱图见图 A.1。

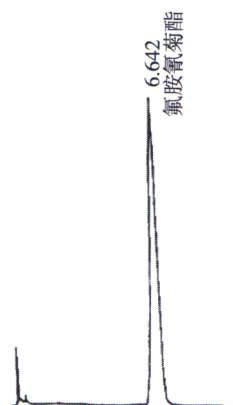


图 A.1 氟胺氰菊酯标准品的气相色谱图

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
蜂产品中氟胺氰菊酯残留量的检测方法
GB 23200.95—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)

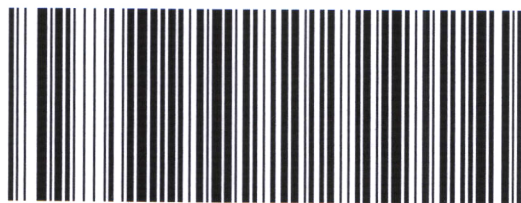
北京印刷一厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

* * *

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: 16109·4136

定价: 18.00 元



GB 23200.95—2016

版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 65005894