



中华人民共和国国家标准

GB/T 23379—2009

水果、蔬菜及茶叶中吡虫啉残留的测定 高效液相色谱法

Determination of imidacloprid residues in fruits, vegetables and teas—
High performance liquid chromatographic method

2009-04-08 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由安徽省质量技术监督局提出。

本标准由中国标准化研究院归口。

本标准起草单位：安徽农业大学、国家农副加工食品质量监督检验中心、安徽国家农业标准化与监测中心。

本标准主要起草人：宛晓春、程静、侯如燕、陈戈、蔡荟梅、王苏红、杜先锋、臧爱香。

水果、蔬菜及茶叶中吡虫啉残留的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了水果、蔬菜及茶叶中吡虫啉农药残留的测定方法。

本标准适用于苹果、梨、香蕉、西红柿、黄瓜、萝卜等水果和蔬菜及茶叶中吡虫啉农药残留的测定。

本标准的方法检出限为：水果 0.02 mg/kg，蔬菜和茶叶 0.05 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可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（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 8855 新鲜水果和蔬菜 取样方法（GB/T 8855—2008，ISO 874:1980，IDT）

3 原理

吡虫啉农药残留通过乙腈提取，盐析，浓缩液经固相萃取净化，乙腈洗脱，高效液相色谱 270 nm 检测。

4 试剂和材料

除另有说明外，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈：色谱纯。

4.2 氢氧化钠：分析纯。

4.3 氯化钠：分析纯。

4.4 固相萃取柱（ENVI-18 柱，3 mL，0.5 g 或相当者）。

4.5 有机滤膜：孔径 0.45 μm 。

4.6 吡虫啉农药标准物质：纯度大于 99%。

4.7 25%乙腈：乙腈与水按 1:3 体积比混合。

4.8 农药标准溶液

4.8.1 标准储备溶液：称取 10 mg 左右（精确到 0.10 mg）标准品于 10 mL 容量瓶中，加乙腈超声溶解，配成 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 左右的标准储备液，-18 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。

4.8.2 混合标准溶液：使用时根据检测需要稀释成不同浓度的标准使用液，4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。混合标准溶液避光 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存，可使用两个月。

4.9 净化过程所用溶液 A（20 mmol/L NaOH、NaCl 饱和溶液）：称取 0.8 g NaOH 于 100 mL 烧杯中，加入少量水充分溶解后，再加入氯化钠使其饱和，然后倒入 1 000 mL 容量瓶中，再用饱和氯化钠水溶液定容至刻度。

4.10 净化过程所用溶液 B（20 mmol/L NaOH 溶液）：称取 0.8 g NaOH 于 100 mL 烧杯中，加入少量水充分溶解后，倒入 1 000 mL 容量瓶中定容。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 5.2 固体样品粉碎机:转速不低于 4 000 r/min。
- 5.3 组织捣碎机:转速不低于 15 000 r/min。
- 5.4 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g 各一台。
- 5.5 离心机:转速不低于 4 000 r/min。
- 5.6 旋转蒸发器。
- 5.7 梨形浓缩瓶:50 mL。
- 5.8 SPE 装置或相当者。
- 5.9 移液器:10 mL、1 mL。
- 5.10 超声波清洗器。

6 测定步骤

6.1 提取

6.1.1 果蔬样品

按 GB/T 8855 抽取的水果、蔬菜样品取可食部分切碎,混匀,称取 10 g 左右试样(精确到 0.01 g)于 100 mL 离心管中,加入 20 mL 乙腈,用高速组织捣碎机在 15 000 r/min,匀浆提取 1 min,加入 5 g 氯化钠,再匀浆提取 1 min,将离心管放入离心机,在 3 000 r/min 离心 5 min,取上清液 10 mL(相当于 5 g 试样量)加入 50 mL 梨形瓶中,38 ℃ 旋转蒸发近干,加 25% 乙腈 2 mL 入梨形瓶中,超声 30 s 充分溶解,待净化。

6.1.2 茶叶样品

茶叶样品用固体样品粉碎机粉碎,称取 5.0 g,加 50 mL 乙腈,振荡提取 1 h,滤纸过滤,滤液 40 mL 入 100 mL 具塞量筒中,加入配制好 A 溶液 40 mL,剧烈振荡 1 min,分层,取出乙腈层 20 mL,加入 50 mL 梨形瓶中,38 ℃ 旋转蒸发近干,加 25% 乙腈 2 mL 入梨形瓶中,超声 30 s 充分溶解,待净化。

6.2 净化

加样前先用 5 mL 乙腈预淋洗 ENVI-18 柱,然后用 5 mL 25% 乙腈平衡柱,再从上述梨形瓶中移取 1 mL 溶解好的果蔬或茶叶样品提取液转移至净化柱上,先用 B 溶液 20 mmol/L NaOH 溶液 10 mL 洗柱,弃去;再用 10 mL 水洗柱,弃去,抽干柱。最后用 1 mL 乙腈缓慢洗脱保留在柱上的吡虫啉农药,收集洗脱液定容至 1 mL,0.45 μm 有机滤膜过滤,待测。

6.3 测定

6.3.1 参考分析条件

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱(5 μm, 250 mm×4.6 mm)或相当者;
- b) 流动相及流速见表 1;

表 1 流动相及流速

时间/min	0.1%磷酸水溶液/%	乙腈/%	流速/(mL/min)
0	85	15	1.0
5	80	20	1.0
35	75	25	1.0
36	0	100	1.0
46	85	15	1.0

- c) 柱温:室温;

- d) 进样量:5 μL ;
e) 检测波长:270 nm。

6.3.2 定量测定

采用外标校准曲线法定量测定。使用不同浓度的标准工作液,以色谱峰面积定量,绘制多点校准曲线,测定的试样浓度应在标准曲线范围内。吡虫啉标准溶液和部分样品空白及加标样品的液相色谱图参见附录 A。

6.4 平行实验

按以上步骤对同一试样进行平行试验测定。

6.5 空白实验

除不称取样品外,均按上述步骤进行。

7 结果计算

按照外标标准曲线法定量。

试样中吡虫啉残留量按式(1)计算:

$$X = \frac{A_1 \times V_1 \times V_3 \times c}{A_2 \times V_2 \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——样品中农药的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_1 ——试样中组分的峰面积,积分单位;

V_1 ——试样中提取的总体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——净化后定容的体积,单位为毫升(mL);

c ——标准品质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

A_2 ——标准样中组分的峰面积,积分单位;

V_2 ——净化用提取液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为千克(kg)。

计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 15%。

附录 A
(资料性附录)

吡虫啉标准样品溶液和部分样品空白及加标样品的液相色谱图

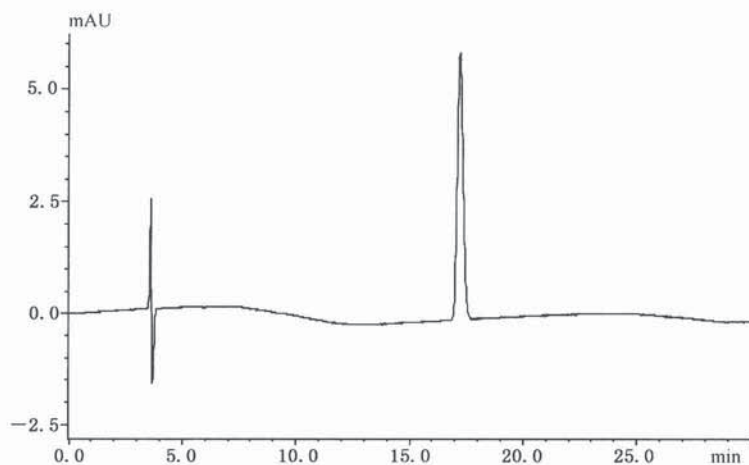
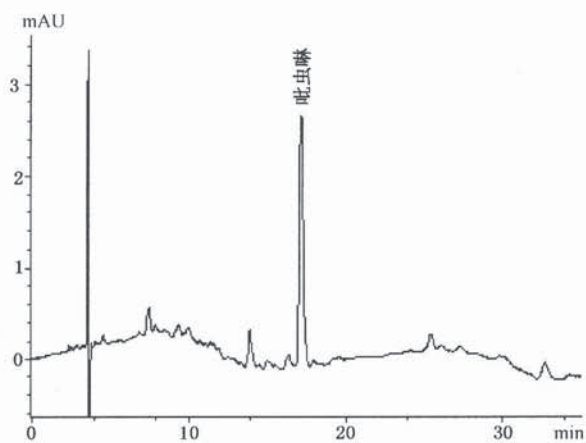
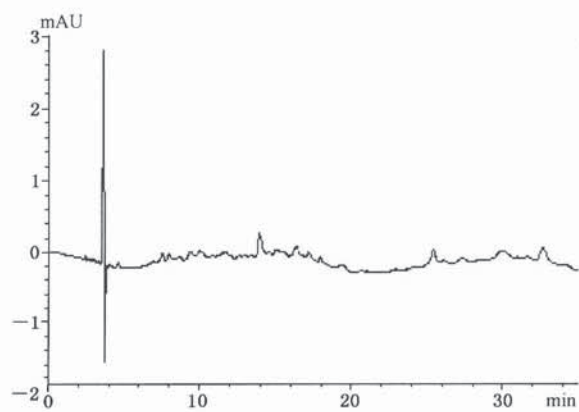


图 A.1 吡虫啉标准样品溶液的液相色谱图

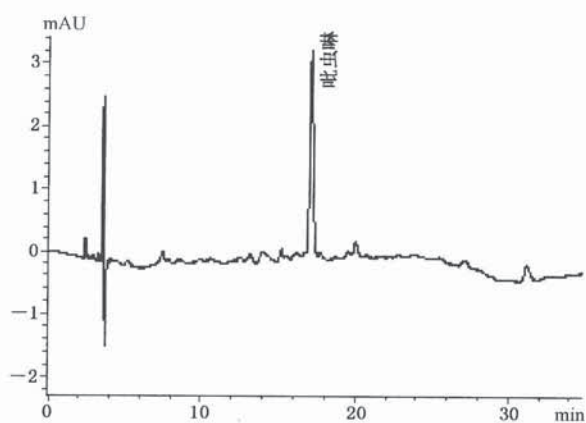


a) 加标 1.0 mg/kg 样品

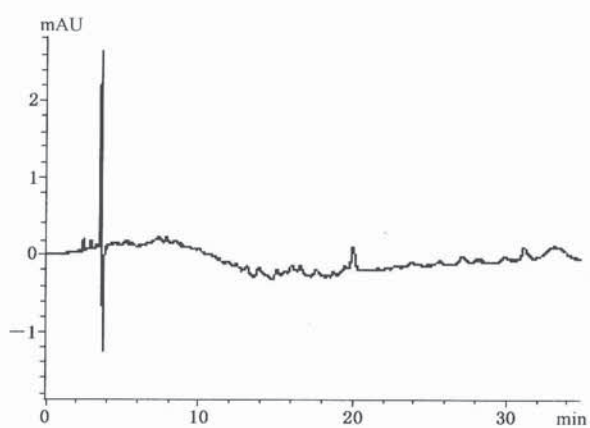


b) 空白样品

图 A.2 梨空白和加标样品的液相色谱图



a) 加标 1.0 mg/kg 样品



b) 空白样品

图 A.3 西红柿空白和加标样品的液相色谱图

