



# 中华人民共和国国家标准

GB 23200.25—2016

## 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 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/T 1115—2002《进出口水果中噻草酮残留量的检验方法》。与 SN/T 1115—2002 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;
- 标准名称中“进出口水果”改为“水果”;
- 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/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。

本标准适用于柑橘、苹果中噁草酮残留量的检验,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 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 4 h,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

噁草酮标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

#### 3.4 标准溶液配制

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,并以正己烷配制成浓度为 1 000  $\mu g/mL$  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

活性炭小柱:SUPELLEAN ENVI-CARB 小柱,3 mL/125 mg,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 0.000 1 g。

4.3 固相萃取装置,带真空泵。

4.4 离心机:3 000 r/min。

4.5 涡旋振荡器。

4.6 离心管:15 mL。

4.7 刻度试管:15 mL。

4.8 微量注射器:10  $\mu$ 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 1 kg, 取样部位按 GB 2763 的规定执行, 经组织捣碎机捣碎, 均分成 2 份, 装入洁净容器内, 作为试样。密封, 并标明标记。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。

### 5.2 试样保存

将试样于  $-18^{\circ}\text{C}$  以下冷冻保存。

## 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 0.001 g)于 15 mL 离心管中, 加入 1 g 氯化钠, 于涡旋振荡器上混匀 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

将活性炭小柱安装在固相萃取的真空抽滤装置上, 分 3 次, 每次用 1 mL 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, 再分 3 次, 每次用 1.5 mL 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  $45^{\circ}\text{C}$  下, 空气流吹至近干, 用正己烷溶解残渣并定容于 0.50 mL, 供 GC/MSD 分析。

### 6.3 测定

#### 6.3.1 气相色谱—质谱参考条件

- 色谱柱: 石英毛细管柱 HP-5,  $25\text{ m}\times 0.2\text{ mm}$ (内径), 膜厚  $0.33\text{ }\mu\text{m}$ , 或相当者;
- 色谱柱温度:  $100^{\circ}\text{C}$  保持 1 min, 以  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  上升至  $200^{\circ}\text{C}$ , 再以  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 上升至  $280^{\circ}\text{C}$ , 保持 5 min;
- 进样口温度:  $280^{\circ}\text{C}$ ;
- 色谱—质谱接口温度:  $250^{\circ}\text{C}$ ;
- 载气: 氮气, 纯度  $\geq 99.995\%$ , 流速  $0.6\text{ mL}/\text{min}$ ;
- 进样量:  $1\text{ }\mu\text{L}$ ;
- 进样方式: 无分流进样, 1 min 后开阀;
- 电离方式: EI;
- 电离能量:  $70\text{ eV}$ ;
- 测定方式: 选择离子检测方式(SIM);
- 检测离子( $m/z$ ): 177、258、344;
- 溶剂延迟: 20 min。

#### 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参见图 A.1、图 A.2。

### 6.3.3 质谱确证

对标准溶液及样液均按 6.3.1 和 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 6.1~6.3 的规定执行。

## 7 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中的噁草酮的含量

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

式中:

$X$  ——试样中噁草酮的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A$  ——样液中噁草酮的峰面积;

$c_s$  ——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;

$V$  ——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。

## 8 精密度

8.1 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。

8.2 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。

## 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 0.01 mg/kg、0.05 mg/kg 和 0.5 mg/kg 时,噁草酮在不同基质中的添加回收率参见附录 D。

附 录 A  
(资料性附录)  
噁草酮标准品色谱和质谱图

A.1 噁草酮标准品 SIM 色谱图

见图 A.1。

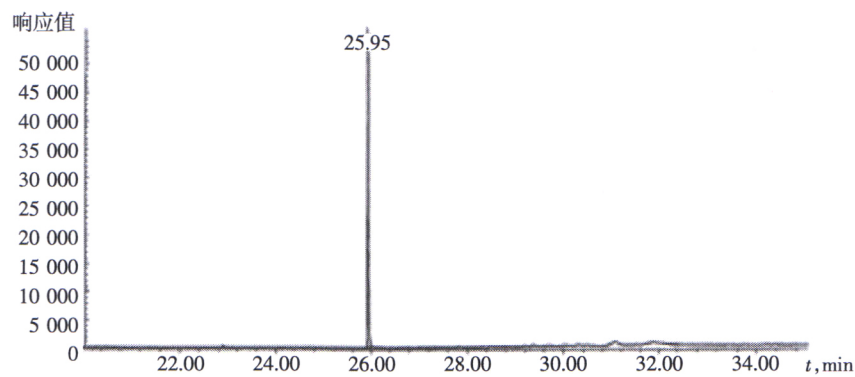


图 A.1 噁草酮标准品 SIM 色谱图

A.2 噁草酮标准品 SCAN 质谱图

见图 A.2。

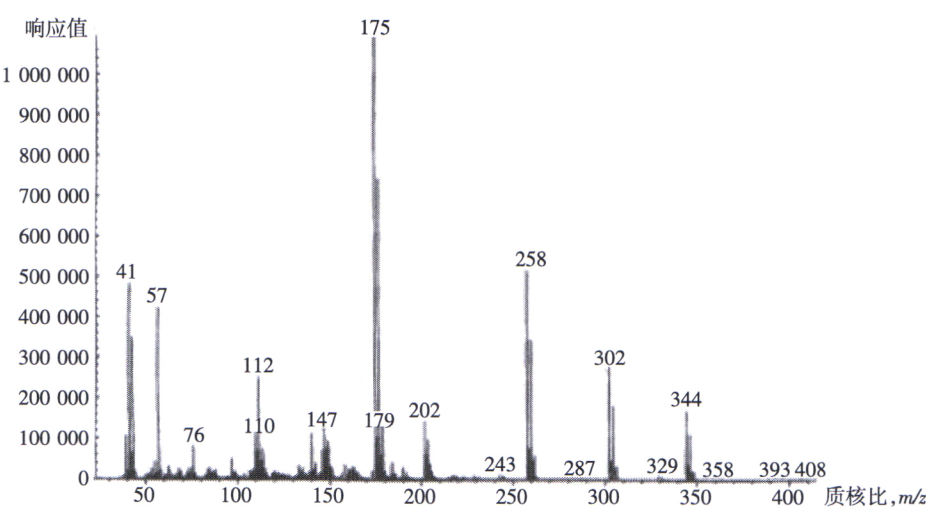


图 A.2 噁草酮标准品 SCAN 质谱图

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)<br>mg/kg    | 精密度<br>% |
|-----------------------|----------|
| $C \leq 0.001$        | 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)<br>mg/kg    | 精密度<br>% |
|-----------------------|----------|
| $C \leq 0.001$        | 54       |
| $0.001 < C \leq 0.01$ | 46       |
| $0.01 < C \leq 0.1$   | 34       |
| $0.1 < C \leq 1$      | 25       |
| $C > 1$               | 19       |



附 录 D  
(资料性附录)  
不同基质中噁草酮的添加回收率

不同基质中噁草酮的添加回收率见表 D.1。

表 D.1 不同基质中噁草酮的添加回收率

单位为百分率

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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
食 品 安 全 国 家 标 准  
水 果 中 噁 草 酮 残 留 量 的 检 测 方 法  
GB 23200.25—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](http://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: 16109·4114  
定 价: 18.00 元



GB 23200.25—2016

---

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