



中华人民共和国国家标准

GB 23200.16—2016

食品安全国家标准 水果和蔬菜中乙烯利残留量的测定 气相色谱法

National food safety standards—
Determination of ethephon residue in fruits and vegetables—
Gas chromatography

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 NY/T 1016—2006《水果蔬菜中乙烯利残留量的测定 气相色谱法》。与 NY/T 1016—2006 相比,主要变化如下:

- 根据食品安全标准的格式进行了修改;
- 规范性引用文件中增加 GB 2763《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》标准;
- 在试样制备中增加了取样部位的规定及细化了试样制备的要求;
- 增加了精密度要求。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- NY/T 1016—2006。

食品安全国家标准

水果和蔬菜中乙烯利残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了水果和蔬菜中乙烯利残留量的测定方法。
本标准适用于水果和蔬菜中乙烯利残留量的分析。

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。凡是注日期的应用文件,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

用甲醇提取样品中乙烯利,经重氮甲烷衍生成二甲基乙烯利后,用带火焰光度检测器(磷滤光片)的气相色谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为色谱纯,水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 氢氧化钾(KOH)。

4.1.2 盐酸(HCl)。

4.1.3 甲醇(CH₃OH)。

4.1.4 无水乙醚(C₂H₆O)。

4.2 溶液配制

甲醇—盐酸溶液(90+10):量取 90 mL 甲醇加到 10 mL 盐酸中,混匀。

4.3 标准品

乙烯利标准品,纯度≥95%。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 乙烯利标准溶液:准确称取适量的乙烯利标准品,用甲醇配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备液。根据需要,再用甲醇稀释标准储备液以制备适当浓度的标准工作液,配制过程需用聚乙烯器皿。

4.4.2 重氮甲烷溶液:制备见附录 A。

5 仪器

5.1 气相色谱仪并配有火焰光度检测器。

5.2 超声波清洗器。

5.3 组织捣碎机。

5.4 氮气吹干仪。

6 分析步骤

6.1 试样制备

将水果和蔬菜样品按 GB 2763 的规定取样,对于个体较小的样品,取样后全部处理;对于个体较大的基本均匀样品,可在对称轴或对称面上分割或切成小块后处理;对于细长、扁平或组分含量在各部分有差异的样品,可在不同部位切取小片或截成小段处理;取后的样品将其切碎,充分混匀,用四分法取样或直接放入组织捣碎机中捣碎成匀浆,放入聚乙烯瓶中于 $-20^{\circ}\text{C}\sim -16^{\circ}\text{C}$ 条件下保存。

6.2 提取

称取试样 10 g(精确至 0.01 g)于聚乙烯烧杯中,加入 0.5 mL 甲醇—盐酸溶液和 50 mL 甲醇,超声震荡提取 5 min,过滤于 100 mL 的聚乙烯容量瓶中,残渣再用 30 mL 甲醇提取一次,合并提取液聚乙烯容量瓶中,定容 100 mL。

6.3 衍生化

准确吸取 10 mL 上述定容溶液放入 15 mL 聚乙烯离心管中,在干燥氮气流下于 $30^{\circ}\text{C}\sim 35^{\circ}\text{C}$ 水浴上浓缩至约 1.5 mL,加入 0.5 mL 甲醇—盐酸溶液和 8 mL 无水乙醚,充分混合,放置 10 min,将上清液移入另一聚乙烯离心管中,残留液用 1 mL 无水乙醚萃取 2 次,萃取液并入上述清液中,于 $30^{\circ}\text{C}\sim 35^{\circ}\text{C}$ 水浴下浓缩至约 1 mL。在通风柜内,向浓缩液里滴加重氮甲烷溶液,直至黄色不褪为止。盖严塞子,放置 15 min。在氮气流下 $30^{\circ}\text{C}\sim 35^{\circ}\text{C}$ 水浴上浓缩至约 1 mL,用乙醚稀释到 2 mL,供气相色谱测定。

6.4 标准溶液的衍生化

取适量的乙烯利标准工作液(用甲醇定容 10.0 mL),按照样品的提取和衍生步骤(6.2 和 6.3)进行操作。

6.5 气相色谱参考条件

6.5.1 色谱柱:FFAP 30 m \times 0.32 mm(内径),膜厚 0.25 μm ,弹性石英毛细管柱或相当极性的色谱柱。

6.5.2 载气:氮气,流速 2.5 mL/min,纯度 $\geq 99.999\%$ 。

6.5.3 燃气:氢气,流速 85 mL/min,纯度 $\geq 99.999\%$ 。

6.5.4 助燃气:空气,流速 110 mL/min。

6.5.5 进样口温度: 240°C 。

6.5.6 升温程序: 120°C (1 min) $\xrightarrow{40^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 230°C (2 min)。

6.5.7 检测器温度: 150°C 。

6.5.8 检测器:火焰光度检测器(磷滤光片)。

6.5.9 进样量: $1\ \mu\text{L}$ 。

6.6 色谱分析

分别吸取标准样品和待测样品衍生化后的溶液(6.3 和 6.4)各 $1\ \mu\text{L}$,分别注入色谱仪中,通过待测样品与标准样品衍生化物的峰面积比较,用外标法定量。

6.7 空白试验

除不待测样品外,均按 6.2 和 6.3 的规定进行操作。

7 结果计算

用色谱数据处理机或按式(1)计算样品中的乙烯利的残留量。

$$\omega = \frac{A \times \rho \times V_1 \times V_2 \times 1000}{A_s \times m \times V \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω ——样品中乙烯利残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 A ——样品溶液中二甲基乙烯利的色谱面积;
 A_s ——标准溶液中二甲基乙烯利的色谱峰面积;
 ρ ——标准溶液中乙烯利的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
 V ——提取溶剂定容体积,单位为毫升(mL);
 V_1 ——分取体积,单位为毫升(mL);
 V_2 ——上机液定容体积,单位为毫升(mL);
 m ——称取样品的质量,单位为克(g);
 1 000 ——换算系数。

计算结果应扣除空白值,计算结果以重复性条件下获得的2次独立测定结果的算术平均值表示,保留2位有效数字。

8 精密度

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。

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

本标准方法的定量限为0.03 mg/kg。

10 色谱图

浓度为0.05 mg/L的乙烯利色谱图见图1。



图1 乙烯利色谱图

附 录 A
(规范性附录)
重氮甲烷制备

A.1 2-亚硝基-2-甲基脒的制备

在 250 mL 烧瓶中,加入 13.5 g 盐酸甲胺,加入 67 g 水,再加入 40.2 g 尿,缓慢回流 2 h 45 min,然后激烈回流 15 min,冷却至室温,加入 20.2 g 亚硝酸钠,溶液冷却至 0℃,在 1 L 烧杯中加入 80 g 冰,并在冰盐浴中冷却,然后加入 13.3 g 硫酸,边搅拌边加入刚刚制的甲基脒—亚硝酸盐,使其温度不超过 0℃,大约 1 h 加完。亚硝基甲基脒成结晶状泡沫漂浮在上面,立即用吸滤法过滤并很好地压干,再用少量冰水洗涤,所得结晶放入真空干燥器干燥,温度不超过 4℃。

A.2 重氮甲烷的制备

在 500 mL 圆底烧瓶中放置 60 mL 50%氢氧化钠溶液和 200 mL 乙醚,将混合物冷却至 0℃,然后一边摇动,一边加入 20.6 g 2-亚硝基-2-甲基脒,在烧瓶上装上冷凝管进行蒸馏。冷凝管下端连接一个接收管,通过一个双孔橡皮塞浸入盛在 250 mL 锥形瓶中的 40 mL 乙醚液面下,锥形瓶则放在冰—盐浴中冷却,放出来的气体通过同样冷却至 0℃ 以下的第二份 40 mL 乙醚中,将反应烧瓶放在 50℃ 的水浴上,使其达到乙醚的沸点,并不时摇动,蒸出的乙醚直到馏出物颜色变成无色为止,通常蒸出 2/3 的乙醚以后馏出物就变成无色。在任何情况下不能将乙醚蒸干,合并接收器中的乙醚溶液,其中含有 5.3 g~5.9 g 重氮甲烷。

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
水果和蔬菜中乙烯利残留量的测定
气相色谱法

GB 23200.16—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

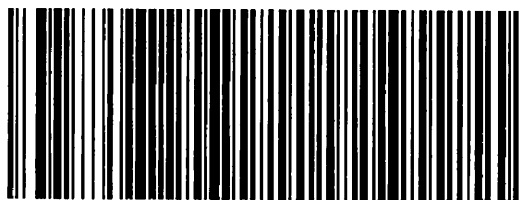
2017年6月第1版 2017年6月北京第1次印刷

书号: 16109·4105

定价: 18.00元

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 65005894



GB 23200.16—2016