

团体标准

T/ NAIA×××-××××

枸杞中咪鲜胺残留量的测定 气相色谱法

Determination of prochloraz in wolfberry Gas chromatography

2024-××-××发布

2024-××-××实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、宁夏食品检测研究院、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：刘霞、王晓菁、吴燕、牛艳、苟春林、张锋锋、杨静、王彩艳、陈翔、开建荣、张学玲、张小飞。

本文件为首次发布。

枸杞中咪鲜胺残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了枸杞中咪鲜胺及其代谢物残留量的气相色谱测定方法。

本文件适用于枸杞中咪鲜胺及其代谢物残留量的气相色谱法测定。

本标准枸杞（鲜）方法定量限为 0.01mg/kg，枸杞（干）方法定量限为 0.02mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用本文件；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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要规定的术语和定义。

4 原理

试样用 1%乙酸乙腈提取，经分散固相萃取净化，在 210℃条件下用吡啶盐酸盐将咪鲜胺及其代谢物全部水解成 2,4,6-三氯苯酚，正己烷定容，气相色谱法（ECD）测定 2,4,6-三氯苯酚的含量，在换算成咪鲜胺的残留量。

5 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯试剂，水为GB/T 6682中规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈（CH₃CN，CAS 号：75-05-8）：色谱纯。

5.1.2 正己烷（C₆H₁₄，CAS 号：110-54-3）：色谱纯。

5.1.3 乙酸（CH₃COOH，CAS 号：64-19-7）：色谱纯。

5.1.4 氯化钠（NaCl，CAS 号：7647-14-5）。

5.1.5 无水硫酸镁（MgSO₄，CAS 号：7487-88-9）。

5.1.6 吡啶盐酸盐（C₅H₆ClN，CAS 号：628-13-7）。

5.2 溶液配制

1%乙酸溶液（体积分数）：量取 10mL 乙酸，用乙腈定容至 1000mL。

5.3 标准品

咪鲜胺（prochloraz, CAS 号 67747-09-5）：纯度 $\geq$ 99.0%。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 标准储备溶液：准确称取适量的咪鲜胺标准品（精确至 0.01 mg），用丙酮溶解，配制成 1000 mg/L 的标准储备溶液，-18 °C 下保存，有效期 1 年。

5.4.2 标准溶液：吸取一定量的咪鲜胺标准于 10mL 容量瓶中，用丙酮定容至刻度。标准溶液浓度为 10 mg/L，-18 °C 下保存，有效期 1 个月。

5.4.3 基质标准工作溶液：根据需要分取适量标准溶液，加入一定量的空白基质溶液，按照试样的前处理方法（7.4~7.5）水解后定容，配制成 0.0050、0.10、0.20、0.50、1.0mg/L 的咪鲜胺标准工作液。基质标准工作溶液现用现配。

5.5 材料

5.5.1 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶（PSA）：粒径 40 μ m~63 μ m。

5.5.2 十八烷基键合硅胶（C18）：粒径 40 μ m~63 μ m。

5.5.3 微孔滤膜：有机相，0.22 μ m。

6 仪器与设备

6.1 气相色谱仪：配有电子捕获检测器（ECD）。

6.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。

6.3 高速万能粉碎机：10000 r/min。

6.4 高速匀浆机：转速不低于 4 000 r/min。

6.5 离心机：4000 r/min。

6.6 氮吹仪：可控温。

6.7 涡旋混合器。

7 分析步骤

7.1 试样的制备

鲜、干枸杞样品于-18 °C冷冻冰箱中保存。试验时将鲜、干枸杞样品取出，鲜样用高速组织捣碎机打浆，干样用高速万能粉碎机（可加少量的液氮）粉碎（30 g 样品粉碎时间为 30 s），分别置于样品瓶中，-18 °C冷冻备用。

7.2 试样的提取

7.2.1 鲜果

称取试样 10 g（精确至 0.01 g）于 50 mL 离心管，加入 20 mL 1% 乙酸乙腈溶液（5.6），高速匀浆 2 min，加入 5.0g 氯化钠，振摇约 1 min，于 4000 r/min 离心 3 min，静置备用。

7.2.2 干果

称取试样 5 g（精确至 0.01g）于 50 mL 离心管，加入 20 mL 1% 乙酸乙腈溶液（5.6），高速匀浆 2 min，加入 5.0g 氯化钠，振摇约 1 min，于 4000 r/min 离心 3 min，静置备用。

7.3 试样的净化

移取 7.2 上清液 5.00 mL 于盛有 900 mg 无水硫酸镁、100 mg PSA、100 mg C₁₈ 的离心管中，涡旋 1 min，于 4000 r/min 离心 3 min，静置备用。

7.4 试样的水解

移取 7.3 上清液 1.5 mL 于顶空瓶中，氮吹至近干，加入 1.5g 盐酸吡啶盐，迅速压盖，置于 210℃ 鼓风干燥箱中水解 1 小时。

7.5 试样的定容

待 7.4 试样冷却至室温后，起盖加入 1 mL 蒸馏水涡旋溶解瓶内固体，加入 3.00 mL 正己烷涡旋混匀，静置 10 min，取上清液过 0.22 μm 有机滤膜后装瓶，上机测定。

7.6 测定

7.6.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱：DB-608 柱，30 m×0.32 mm (i.d)，0.5 μm，或性能相当者；
- b) 进样口温度：260 °C；
- c) 检测器温度：300 °C；
- d) 柱温：初始温度 60 °C，保持 0.5 min 后以 20 °C/min 的速率升温至 250 °C，再以 10 °C/min 的速率升温至 280 °C 保持 15 min；
- e) 进样量：1.0 μL；
- f) 进样方式：不分流进样；
- g) 载气：氮气，纯度≥99.999%，吹扫流量 3.2 mL/min。

7.6.2 定性测定

样品溶液中未知组分的保留时间（RT）与标准溶液在同一色谱柱上的保留时间（RT）相比较，如果样品溶液中某组分的一组保留时间与 2,4,6—三氯苯酚标准溶液的一组保留时

间相差都在±0.05min 内的可认定为该农药。

7.6.3 定量测定

采用外标法定量，定量用标准溶液采用空白基质标准工作溶液，标准溶液浓度应于待测目标物浓度接近。

7.7 平行试验

按上述步骤对同一试样进行平行试验测定。

7.8 空白试验

除不加入试样外，其他过程与试样处理相同。

8 结果计算

试样中咪鲜胺的含量以质量分数 ω 计，数值以毫克每千克（mg/kg）计，按式（1）计算：

$$\omega = 1.91 \times \frac{\rho \times V_1 \times V_3}{m \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω —— 试样中被测物残留量的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ρ —— 试样溶液中 2,4,6-三氯苯酚的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

V_1 —— 试样中加入的提取溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_2 —— 分取体积，单位为毫升（mL）；

V_3 —— 定容体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样质量的数值，单位为克（g）。

注：计算结果保留两位有效数字，当结果大于 1mg/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超过算术平均值的 10%。

10 定量限

本方法的定量限为：枸杞（鲜）0.010mg/kg，枸杞（干）0.020mg/kg。

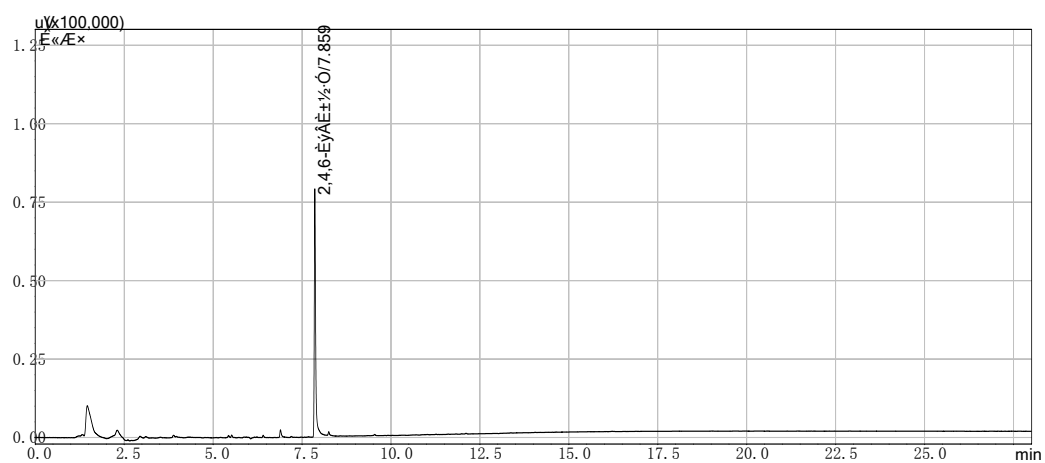
11 色谱图

标准溶液在枸杞基质中水解 2,4,6-三氯苯酚标准溶液色谱图见图 A.1、图 A.2。

附录 A
(资料性)
咪鲜胺标准溶液色谱图

A.1 咪鲜胺标准溶液在枸杞(鲜)基质中水解2,4,6-三氯苯酚色谱图

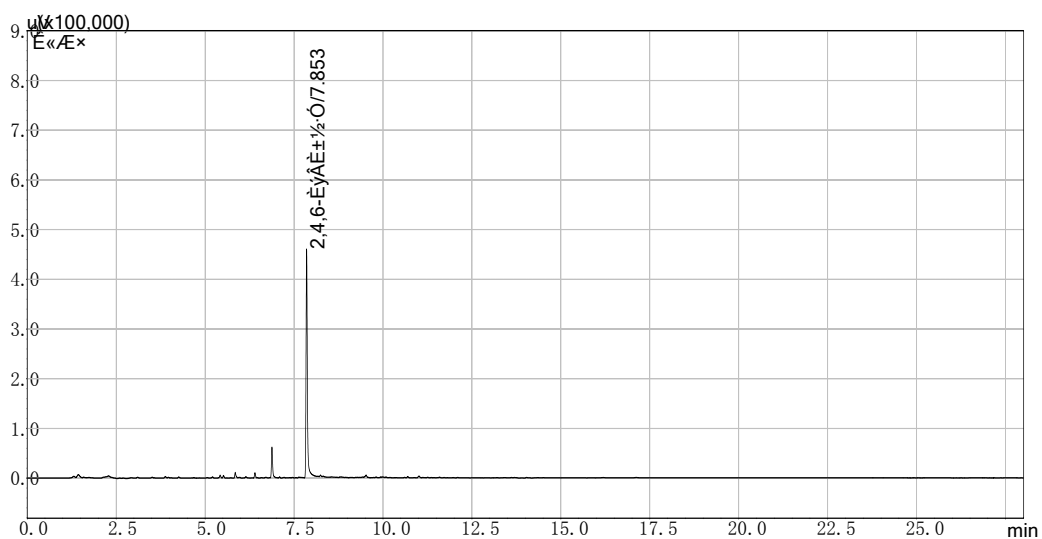
见图A. 1。



咪鲜胺1.0mg/L 枸杞(鲜)基质水解2,4,6-三氯苯酚色谱图

A.2 咪鲜胺标准溶液在枸杞(干)基质中水解2,4,6-三氯苯酚色谱图

见图A. 2。



咪鲜胺1.0mg/L 枸杞(干)基质水解2,4,6-三氯苯酚色谱图

图A 咪鲜胺水解2,4,6-三氯苯酚标准溶液色谱图

