



中华人民共和国国家标准

GB 23200.20—2016

食品安全国家标准 食品中阿维菌素残留量的测定 液相色谱—质谱/质谱法

National food safety standards—
Determination of abamectin residue in foods—
Liquid chromatography–mass spectrometry

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 1973—2007《进出口食品中阿维菌素残留量的检测方法 高效液相色谱—质谱/质谱法》。与 SN/T 1973—2007 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“进出口食品”改为“食品”;
- 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/T 1973—2007。

食品安全国家标准

食品中阿维菌素残留量的测定 液相色谱—质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了食品中阿维菌素残留量的液相色谱—质谱/质谱检测方法。

本标准适用于大米、大蒜、菠菜、苹果、板栗、茶叶、牛肉、羊肉、鸡肉、鱼肉、赤芍、食醋和蜂蜜中阿维菌素残留量的检测,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

蜂蜜和食醋样品用水稀释后,以 C_{18} 固相萃取柱净化;其他样品用乙腈提取,用中性氧化铝固相萃取柱净化,液相色谱—质谱/质谱测定,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 乙腈:色谱纯。

4.1.2 无水硫酸钠:使用前 650°C 灼烧 4 h,在干燥器中冷却至室温,储于密封瓶中备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 乙酸水溶液(0.1%):取 1 mL 乙酸,以水定容至 1 000 mL。

4.2.2 乙腈水溶液(1+6,体积比):取 100 mL 乙腈,加入 600 mL 水,摇匀备用。

4.3 标准品

阿维菌素标准物质(Abamectin, $C_{48}H_{72}O_{14}$, CAS 号:71754-41-2):阿维菌素 B1a 含量大于 87%,以下阿维菌素含量均以阿维菌素 B1a 计。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 阿维菌素标准储备液:称取适量(精确至 0.000 1 g)阿维菌素标准物质,以乙腈溶解配制浓度为 $100\ \mu\text{g/mL}$ 的标准储备液,保存于 -18°C 冰箱内。

4.4.2 阿维菌素标准中间液:准确移取阿维菌素标准储备液,以乙腈稀释配制成含 $1\ \mu\text{g/mL}$ 浓度的标准中间液,保存于 4°C 冰箱内。

4.4.3 阿维菌素标准工作液:根据需要准确移取适量阿维菌素标准中间液,以乙腈稀释并定容至适当浓度的标准工作液,保存于 4°C 冰箱内。

4.5 材料

4.5.1 中性氧化铝固相萃取柱:3 mL/1 000 mg。

4.5.2 C_{18} 固相萃取柱:6 mL/1 000 mg。

4.5.3 有机滤膜:0.45 μm 。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱—质谱/质谱仪,配有大气压化学电离源(APCI源)。

5.2 分析天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。

5.3 均质器。

5.4 离心机,3 000 r/in 以上。

5.5 涡旋振荡器。

5.6 固相萃取装置。

5.7 旋转蒸发器。

5.8 氮吹仪。

6 试样制备与保存

6.1 取样部位

样品取样部位按 GB 2763 的规定执行。在取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

6.2.1 苹果、大蒜、菠菜、板栗

苹果、板栗:取样品约 500 g,用捣碎机捣碎,装入洁净容器作为试样,密封并做好标识;大蒜、菠菜:取样品约 500 g,用捣碎机捣碎,装入洁净容器作为试样,密封并做好标识。

6.2.2 大米、茶叶、赤芍、食醋

取样品约 500 g,用粉碎机粉碎至全部通过 850 μm 筛,装入洁净容器作为试样,密封并做好标识;食醋可装入洁净容器,密封并做好标识。

6.2.3 牛肉、羊肉、鸡肉、鱼肉

取有代表性样品约 500 g,用捣碎机捣碎,装入洁净容器作为试样,密封并做好标识。

6.2.4 蜂蜜

取有代表性样品约 500 g,未结晶样品将其用力搅拌均匀,有结晶析出样品可将样品瓶盖塞紧后,置于不超过 60℃ 的水浴中,待样品全部溶化后搅匀,迅速冷却至室温。制备好的样品装入洁净容器内密封并做好标识。

6.3 试样保存

苹果、大蒜、菠菜、板栗等试样于 0℃~4℃ 保存;牛肉、羊肉、鸡肉、鱼肉等试样于 -18℃ 以下冷冻保存;大米、茶叶、赤芍、食醋、蜂蜜等试样于室温保存。

7 分析步骤

7.1 提取

7.1.1 大蒜、菠菜、苹果、板栗、牛肉、羊肉、鸡肉、鱼肉样品

准确称取 5 g(精确至 0.01 g)均匀试样,加入 5 g 无水硫酸钠和 15 mL 乙腈,以 10 000 r/min 均质 2 min,3 000 r/min 下离心 5 min,上清液经无水硫酸钠过滤并转入浓缩瓶中。用 10 mL 乙腈再提取一次,合并提取液。将提取液于 40℃ 水浴下浓缩至 2 mL~3 mL。

7.1.2 大米、茶叶、赤芍样品

准确称取 5 g(精确至 0.01 g)均匀试样,用 2 mL 水将试样润湿(茶叶用 20 mL 水润湿),放置 15 min,加入 5 g 无水硫酸钠和 15 mL 乙腈,以 10 000 r/min 均质 2 min,3 000 r/min 下离心 5 min,将上清液转入浓缩瓶中。用 10 mL 乙腈再提取一次,合并提取液。将提取液于 40℃ 水浴下浓缩至 2 mL~3 mL。

7.1.3 食醋、蜂蜜样品

准确称取 5 g(精确至 0.01 g)均匀试样,加入 30 mL 水,涡旋混匀。

7.2 净化

7.2.1 大米、大蒜、菠菜、苹果、板栗、茶叶、牛肉、羊肉、鸡肉、鱼肉、赤芍样品

用 3 mL 乙腈对中性氧化铝柱进行预淋洗。将 7.1.1 和 7.1.2 中得到的样品提取液转入中性氧化铝柱,用 5 mL 乙腈分两次洗涤浓缩瓶并将洗涤液转入中性氧化铝柱中,调整流速在 1.5 mL/min 左右,用 2 mL 乙腈淋洗小柱,收集全部流出液。将流出液在 50℃ 下吹干,用 1.00 mL 乙腈溶解残渣,滤膜过滤,供液相色谱—质谱/质谱测定。

7.2.2 食醋、蜂蜜样品

依次用 5 mL 乙腈和 5 mL 乙腈水溶液对 C₁₈ 固相萃取柱进行预淋洗。将 7.1.3 得到的样品稀释液加入 C₁₈ 固相萃取柱,调整流速在 1.5 mL/min 左右,加入 10 mL 水淋洗 C₁₈ 固相萃取柱,将固相萃取柱吹干。加入 5 mL 乙腈进行洗脱,收集全部洗脱液。将洗脱液在 50℃ 下吹干,用 1.00 mL 乙腈溶解残渣,滤膜过滤,供液相色谱—质谱/质谱测定。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱—质谱/质谱参考条件

- a) 色谱柱:色谱柱:C₁₈柱,150 mm×2.1 mm(内径),粒度 5 μm;
- b) 流动相:乙腈+乙酸水溶液(0.1%)=70+30;
- c) 流速:0.3 mL/min;
- d) 柱温:40℃;
- e) 进样量:20 μL;
- f) 离子源:大气压化学电离源(APCI 源),负离子监测模式;
- g) 质谱仪参数:参见附录 A;
- h) 监测离子对(*m/z*):定性离子对(872/565,872/854),定量离子对(872/565)。

7.3.2 色谱测定与确证

根据试样中阿维菌素的含量情况,选择浓度相近的标准工作液进行色谱分析,以峰面积按外标法定量。在上述色谱条件下,阿维菌素的参考保留时间为 11.3 min。标准溶液的选择离子流图参见图 B.1、图 B.2。

按照上述条件测定样品和标准工作液,如果检测的质量色谱峰保留时间与标准工作液一致;定性离子对的相对丰度与相当浓度的标准工作液的相对丰度一致,相对丰度偏差不得超过表 1 的规定,则可判断样品中存在相应的被测物。标准溶液的二级质谱图参见图 B.3。

表 1 定性时相对离子丰度最大容许误差

单位为百分率

相对丰度(基峰)	>50	20~50(含)	10~20(含)	≤10
允许的相对偏差	±20	±25	±30	±50

7.4 空白实验

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

按数据处理软件处理或式(1)计算样品中阿维菌素残留量。

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中阿维菌素残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——样液中阿维菌素的峰面积;

V ——样品最终定容体积,单位为毫升(mL);

A_s ——阿维菌素标准工作液的峰面积;

c ——阿维菌素标准工作液的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——最终样液代表的试样质量,单位为克(g);

1 000——换算系数。

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 C 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 D 的要求。

10 定量限和回收率

10.1 定量限

本方法阿维菌素的定量限为 0.005 mg/kg。

10.2 回收率

当添加水平为 0.005 mg/kg、0.01 mg/kg 和 0.05 mg/kg 时,阿维菌素的回收率参见附录 E。

附 录 A
(资料性附录)
质 谱 仪 参 数¹⁾

- A.1 喷雾压力:60 psi。
- A.2 干燥气体流量:5 L/min。
- A.3 干燥气体温度:350℃。
- A.4 大气压化学电离源蒸发温度:400℃。
- A.5 电晕电流:10 000 nA。
- A.6 毛细管电压:3 500 V。



1) 非商业性声明:附录 A 所列参数是在美国 Agilent LC-MSD-Trap-VL 离子阱质谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的仪器。

附 录 B
(资料性附录)
标准溶液的选择离子流图和二级质谱图

B.1 阿维菌素标准物质(10 ng/mL)的选择离子流图(565 m/z)

见图 B.1。

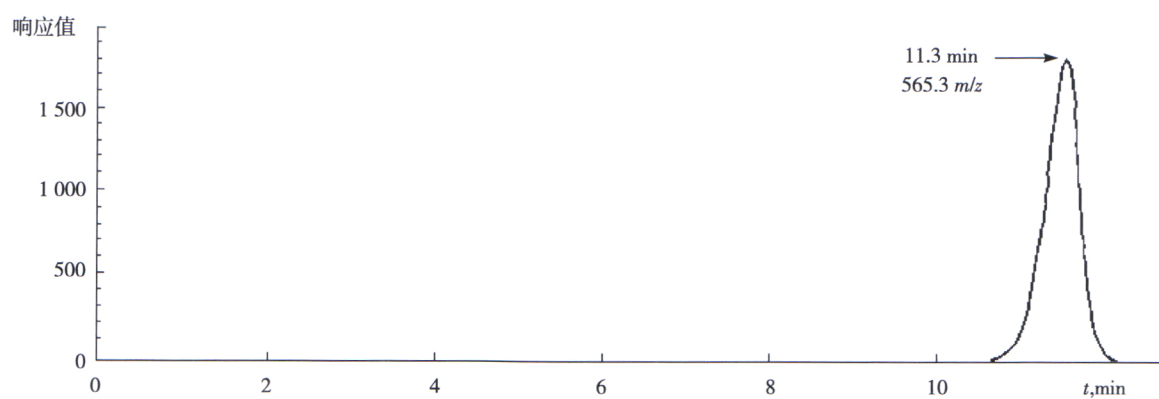


图 B.1 阿维菌素标准物质(10 ng/mL)的选择离子流图(565 m/z)

B.2 阿维菌素标准物质(10 ng/mL)的选择离子流图(854 m/z)

见图 B.2。

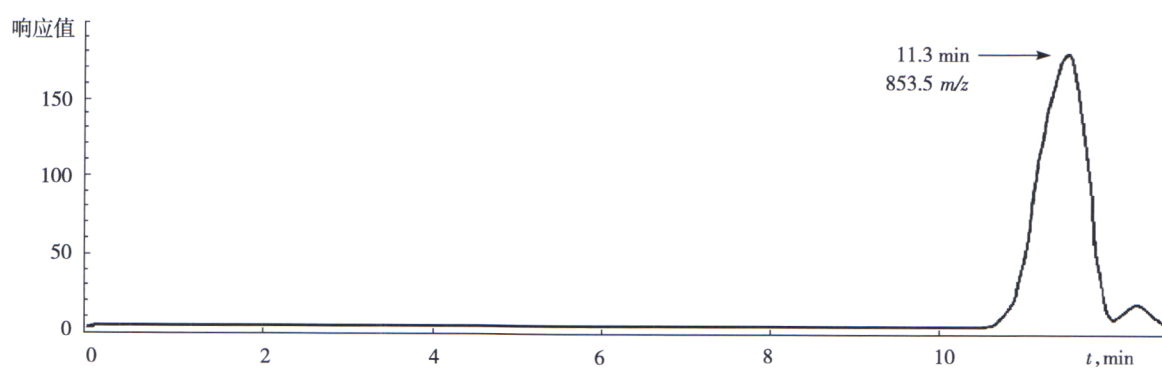


图 B.2 阿维菌素标准物质(10 ng/mL)的选择离子流图(854 m/z)

B.3 阿维菌素标准溶液的二级质谱图

见图 B.3。

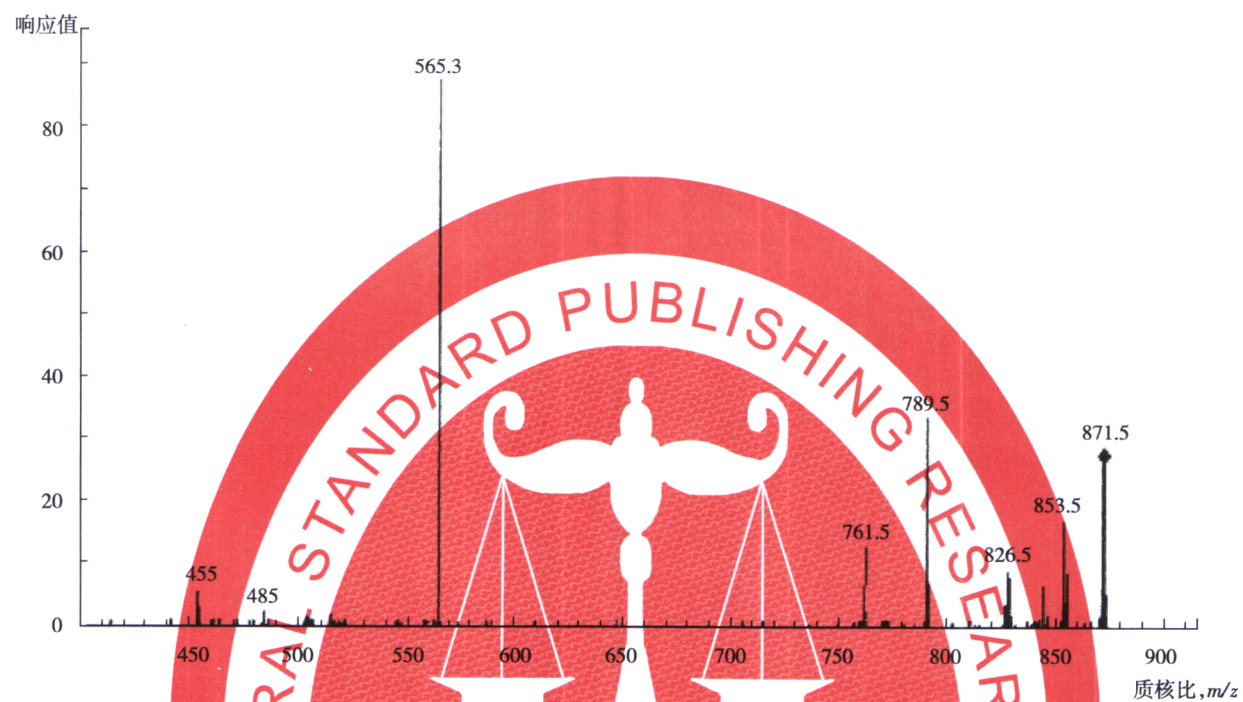


图 B.3 阿维菌素标准溶液的二级质谱图

附 录 C
(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 C.1。

表 C.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 D
(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 D.1。

表 D.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

附 录 E
(资料性附录)
样品的添加浓度及回收率

样品的添加浓度及回收率见表 E.1。

表 E.1 样品的添加浓度及回收率

样品名称	添加浓度,mg/kg	回收率,%
大米	0.005	67.2~99.2
	0.01	74.6~90.8
	0.05	70.0~86.6
大蒜	0.005	61.6~85.2
	0.01	63.2~83.4
	0.05	72.3~84.9
菠菜	0.005	68.0~106.8
	0.01	79.8~99.6
	0.05	81.7~96.1
苹果	0.005	69.2~100.8
	0.01	76.6~107.6
	0.05	73.1~91.7
板栗	0.005	78.1~111.2
	0.01	86.1~102.6
	0.05	72.6~83.6
茶叶	0.005	69.2~94.0
	0.01	74.8~85.8
	0.05	69.6~90.6
牛肉	0.005	61.2~95.6
	0.01	74.6~92.2
	0.05	74.1~99.1
羊肉	0.005	66.0~76.8
	0.01	74.8~88.4
	0.05	68.3~79.7
鸡肉	0.005	64.4~85.6
	0.01	74.4~96.0
	0.05	80.4~101.3
鱼肉	0.005	73.2~96.8
	0.01	74.6~103.6
	0.05	85.2~97.2
蜂蜜	0.005	74.0~97.2
	0.01	74.8~102.2
	0.05	66.6~87.3
赤芍	0.005	64.8~85.2
	0.01	74.6~87.0
	0.05	70.9~96.9

表 E.1 (续)

样品名称	添加浓度,mg/kg	回收率,%
食醋	0.005	67.2~74.4
	0.01	65.6~87.8
	0.05	76.2~85.3

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 安 全 国 家 标 准
食 品 中 阿 维 菌 素 残 留 量 的 测 定
液 相 色 谱 — 质 谱 / 质 谱 法

GB 23200.20—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 1 字 数 20 千 字
2017 年 6 月 第 1 版 2017 年 6 月 北 京 第 1 次 印 刷

书 号: 16109·4109

定 价: 24.00 元



GB 23200.20—2016

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