

DB34/T 2407-2015

大米中氯虫苯甲酰胺残留量的测定 高效液相色谱法

本标准规定了大米中氯虫苯甲酰胺残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于大米中氯虫苯甲酰胺残留量的测定。

本标准的方法检出限为 0.01 mg/kg。

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，仅所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/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 1 部分：总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样用乙腈和盐酸混合溶液提取后，经中性氧化铝柱层析净化，用高效液相色谱紫外检测器检测，外标法定量。

4 试剂与材料

4.1 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 乙腈。

4.3 丙酮。

4.4 石油醚：60～90℃。

4.5 乙腈：色谱纯。

4.6 浓盐酸。

4.7 氯化钠。

4.8 无水硫酸钠：用前在 650℃下灼烧 4h 后备用。

4.9 中性氧化铝：100~200 目，用前 130℃处理 4h，如水 5%减活，备用。

4.10 盐酸溶液：2.0 mol/L。

4.11 氯虫苯甲酰胺标准品：纯度≥99%。

4.12 0.45 μm 微孔过滤膜

4.13 标准溶液

——氯虫苯甲酰胺标准储备液：准确称取氯虫苯甲酰胺 0.0100 g，置于 10.0 mL 容量瓶中，乙腈

溶解并定容至刻度，配置成浓度为 1000 mg/L 储备液，于 0--5℃下避光保存。

——氯虫苯甲酰胺标准工作液：取 1000 μg/mL 氯虫苯甲酰胺储备液，用乙腈稀释，配成质量浓度分别为 8.0 mg/L、4.0 mg/L、2.0 mg/L、1.0mg/L、0.5 mg/L 和 0.25 mg/L 的标准工作溶液，待用。标准工作液需现配现用。

5 主要仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器。

5.2 旋转蒸发仪。

5.3 真空泵。

5.4 水浴恒温振荡器。

5.5 氮吹仪

5.6 电子天平：感量 0.1g 和 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 样品的采集、贮存及试样制备方法

将不少于 1000 g 大米（已脱壳）混匀，四分法取样，放入食品加工机粉碎，过 20 目筛，制成试样，放入试样瓶中密封，做上标记，并置于-20℃条件下保存，待测。

6.2 试样处理

6.2.1 提取

准确称取 25g（精确至 0.1g）制备好的试样于锥形瓶中，向锥形瓶中加 10 mL 盐酸溶液和 20 mL 水浸泡 20 min，再加 80 mL 乙腈(4.1)浸泡过夜，振荡提取 1 h，过滤，残渣用 40 mL 乙腈(4.1)分两次洗涤，合并滤液于分液漏斗中，加 5.0g 氯化钠，振摇 3 min，静置分层，弃去下层水相，乙腈相经无水硫酸钠(4.7)干燥后，用旋转蒸发器于 35℃水浴下浓缩至近干，待柱层析净化。

6.2.2 净化

在玻璃层析柱中依次装填 2.0 cm 高无水硫酸钠、5.0 g 中性氧化铝(4.8)、2.0 cm 高无水硫酸钠，层析柱先用 20 mL 石油醚+丙酮（1:1，体积比）预淋洗，弃去，然后转移样品液至柱上，用 50 mL 石油醚+丙酮（1:1，体积比）洗脱，重复一次，收集洗脱液，用旋转蒸发器于 35℃水浴下浓缩至近干，氮吹仪用氮气吹干，乙腈(4.4)定容至 2.0 mL，过 0.45μm 滤膜，供高效液相色谱仪测定。

6.3 测定

6.3.1 高效液相色谱条件

- a) 色谱柱：C₁₈ 柱， 5 μm，250 mm×4.6 mm（内径）或相当者；
- b) 柱箱温度：35℃；
- c) 流动相：乙腈+水（1:1，体积比）；
- d) 流速：0.8 mL/min；
- e) 检测波长：220 nm；

f) 进样体积：10 μL。

6.3.2 液相色谱测定

取氯虫本甲酰胺标准工作溶液系列(4.12.2)及试样溶液各 10 μL，注入高效液相色谱仪进行分析，用外标法定量。

6.4 平行试验

按以上步骤，对同一试样进行平行测定。

6.5 空白实验

除不称取试样外，均按上述步骤测定。

7 结果计算

试样中的氯虫本甲酰胺含量按公式(1)计算：

$$R = \frac{C \cdot V}{m}$$

式中：

R——样品中氯虫本甲酰胺残留量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

C——从标准曲线上得到的待测样液中氯虫本甲酰胺的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V——样液最终定容体积，单位为毫升(mL)；

m——称取的试样量，单位为克(g)。

注：计算结果应扣除空白值。

8 方法的准确度和精密度

8.1 准确度

本方法在 0.01 mg/kg~1.0 mg/kg 之间添加浓度的回收率在 80%~110%之间。

8.2 精密度

本标准精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 的规定确定的，获得重复性和再现性的值是以 95% 的可信度来计算，本标准方法的精密度数据参加附录 B。