

DB34

安 徽 省 地 方 标 准

DB 34/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

Determination of chlorantraniliprole residue in rice by HPLC

<http://bzxx.ahbz.org.cn>

仅供学习交流使用，请勿传播或其他用途

2015 - 07 - 14 发布

2015 - 08 - 14 实施

安徽省质量技术监督局 发 布



<http://bzxx.ahbz.org.cn>

仅供学习交流使用，请勿传播或其他用途

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由安徽省农业科学院植物保护与农产品质量安全研究所提出。

本标准由安徽省农业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：安徽省农业科学院植物保护与农产品质量安全研究所、农业部农产品质量安全风险评估实验室（合肥）、安徽科威农药重金属残留检测中心。

本标准起草人：段劲生、高同春、王梅、孙明娜、董旭、褚玥、杨通、肖青青。



<http://bzxx.ahbz.org.cn>

仅供学习交流使用，请勿传播或其他用途



<http://bzxx.ahbz.org.cn>

仅供学习交流使用，请勿传播或其他用途

大米中氯虫苯甲酰胺残留量的测定 高效液相色谱法

1 范围

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 4 h 后备用。

4.9 中性氧化铝：100～200 目，用前 130℃处理 4 h，加水 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 μ g/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、1.0 mg/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 0.1 g 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 25 g（精确至 0.1 g）制备好的试样于锥形瓶中，向锥形瓶中加入 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 5.0 g 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，用旋转蒸发仪于 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，用旋转蒸发仪于 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 0.45 μ m 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 μ m，250 mm $\times$ 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 μ L。

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:

$$R = \frac{C \cdot V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

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

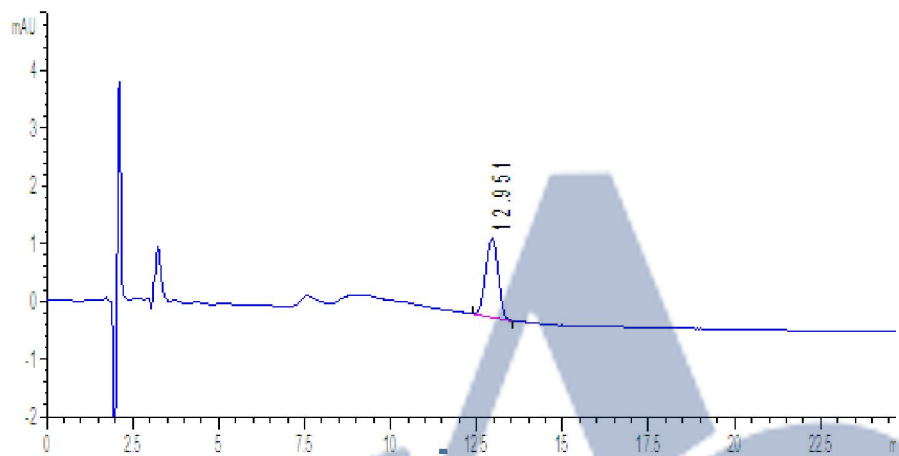
本标准精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 的规定确定的, 获得重复性和再现性的值是以 95%的可信度来计算, 本标准方法的精密度数据参加附录B。

9 高效液相色谱参考图

见附录A。

<http://bzxx.ahbz.org.cn>
仅供学习交流使用, 请勿传播或其他用途

附 录 A
(资料性附录)
氯虫苯甲酰胺标准溶液色谱图 (1.0 mg/L)



图A.1 氯虫苯甲酰胺标准溶液色谱图 (1.0 mg/L)

<http://bzxx.ahbz.org.cn>

仅供学习交流使用，请勿传播或其他用途

附 录 B
(资料性附录)
氯虫苯甲酰胺精密度数据表

表B.1 氯虫苯甲酰胺精密度数据表

名称	含量 (mg/kg)	重复性限 r	再现性限 R	含量 (mg/kg)	重复性限 r	再现性限 R
氯虫苯甲酰胺	0.01	0.0005	0.0016	0.5	0.0198	0.0380



<http://bzxx.ahbz.org.cn>

仅供学习交流使用，请勿传播或其他用途