

附件 3

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB 23200.XXX—XXXX

食品安全国家标准 植物源性食品中硫酰氟残留量的测定 气相色谱法

National food safety standard—
Determination of sulfonyl fluorides residues in foods of plant origin
Gas chromatography method
(征求意见稿)

XXXX-XX-XX-发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
中华人民共和国农业农村部
国家市场监督管理总局

发布

前 言

本标准系首次发布。

征求意见稿

食品安全国家标准

植物源性食品中硫酰氟残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了植物源性食品中硫酰氟残留量的气相色谱法。

本标准适用于植物源性食品中硫酰氟残留量的测定。

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 2763 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

根据硫酰氟具有强挥发性的性质，试样中的硫酰氟用水提取，经气相色谱-电子捕获检测器（GC-ECD）进行自动顶空法检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，在分析中仅使用分析纯试剂和GB/T 6682中规定的一级水。

4.1 丙酮（ CH_3COCH_3 ，CAS 号：67-64-1）：色谱纯。

4.2 氯化铵（ NH_4Cl ，CAS 号：12125-02-9）。

4.3 硫酰氟纯气（ SO_2F_2 ，CAS 号：2699-79-8）：纯度 99%。

4.4 铝箔气体取样袋。

4.5 标准溶液配制

4.5.1 硫酰氟标准储备溶液：将铝箔气体取样袋中的硫酰氟注入装有约 50 mL 丙酮的带气密性瓶盖的顶空瓶中，于分析天平（感量为 0.1 mg）上通过增量法称得溶解的硫酰氟的质量，置于低温冰箱中冷却至 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 后，立即转移至 100 mL 容量瓶中，用 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 的冷丙酮定容至刻度，制得浓度约为 $5000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的硫酰氟标准储备液。于 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 低温冰箱中避光保存。

4.5.2 硫酰氟标准工作溶液：准确吸取一定量的硫酰氟标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中（预先装有 90 mL $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 的冷丙酮），再用 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 的冷丙酮定容至刻度，制得浓度为 $1.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的硫酰氟标准工作溶液，现配现用。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪，配有电子捕获检测器（ECD）。

5.2 自动顶空进样仪。

5.3 顶空瓶：20 mL 顶空进样瓶，或相当者。

5.4 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。

5.5 移液枪：量程为 10-100 μL 、100-1000 μL 。

5.6 容量瓶：100 mL。

5.6 气密性瓶盖。

5.7 组织捣碎仪。

6 试样制备

样品必须进行密封并且冷冻保存，尽快送往实验室检测，采样和运输过程中必须注意防止硫酰氟的散失。

蔬菜、水果和食用菌样品按相关标准取一定量，样品取样部位按照 GB 2763 规定执行。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或处理；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。匀浆放入聚乙烯容器中。

取谷类样品 500 g，粉碎后使其全部可通过 425 μm 的标准网筛，放入聚乙烯瓶或袋中。取油料作物、茶叶、坚果和香辛料样品各 500 g，粉碎后充分混匀，放入聚乙烯瓶或袋中。

植物油类搅拌均匀。

试样于 -20°C 以下温度保存。

7 分析步骤

7.1 样品前处理

称取 2 g（精确至 0.01 g）试样于顶空瓶中（预先装入 0.1g 氯化铵），加入 10 mL 水，迅速密封顶空瓶，置于自动顶空进样器进样盘中，待自动顶空平衡后进样，气相色谱 ECD 测定。

7.2 仪器参考条件

7.2.1 气相色谱参考条件

a) 色谱柱：HP- PLOT-Q 色谱柱，30 mm \times 0.53mm，40 μm ，或相当者；

b) 柱温：70 $^{\circ}\text{C}$ （保持5分钟）--- 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 200 $^{\circ}\text{C}$ （保持5分钟）；

- c) 进样口温度：200℃；
- d) 检测器温度：250℃；
- e) 进样模式：分流进样；分流比：1：20；
- f) 载气：高纯氮气，纯度≥99.999%；
- g) 恒流模式：4.5 mL/min；

7.2.2 顶空进样器参考条件

- a) 平衡温度：50℃；
- b) 平衡时间：30min；
- c) 定量环温度：60℃；
- d) 传输线温度：70℃；
- e) 进样体积：1 mL。

7.3 标准工作曲线

7.3.1 硫酰氟标准溶液的制备

取几个顶空瓶，用水代替试样，加入0.1 g 氯化铵，分别向顶空瓶中加入不同量的硫酰氟标准溶液使其覆盖适当的含量范围，加入10 mL超纯水，迅速密封顶空瓶，置于自动顶空进样器进样盘中，待自动顶空平衡后进样，气相色谱ECD测定。

7.3.2 硫酰氟标准工作曲线

将7.3.1测定结果以硫酰氟质量浓度为横坐标，硫酰氟的峰面积积分值为纵坐标，绘制标准曲线，求回归方程和相关系数。

7.4 定性及定量

7.4.1 保留时间

被测试样中硫酰氟色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较，相对误差应在±2.5%之内。

7.4.2 定量测定

在相同实验条件下进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与标准样品相一致，根据试样中被测物含量情况，选定适当含量范围的五个标准溶液，绘制峰面积对硫酰氟含量的标准工作曲线，用标准曲线对样品进行定量，待测样液中硫酰氟的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

7.5 测定

将标准溶液和待测溶液经自动顶空进样器运行平衡程序后，注入气相色谱仪中，以保留时间定性，样品中硫酰氟质量浓度应在标准工作曲线质量浓度范围内，超过标准工作曲线质量浓度上限的样品应稀释后进样，采用外标法定量。同时做空白试验。

7.6 空白试验

用水代替试样，采用完全相同的步骤进行平行操作。

7.7 平行试验

按以上步骤，对同一试样进行平行测定，在重复条件下，样品中硫酰氟的含量在两次独立测试中获得的结果的绝对差值不超过算数平均值的10%。

8 结果计算

试样中硫酰氟的残留含量按式（1）计算：

$$X_i = \frac{A_i \times m_i}{A_s \times m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i ——试样中硫酰氟残留质量浓度，单位为微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）；

A_i ——样液中硫酰氟的峰面积；

m_i ——标准溶液中所含硫酰氟的质量，单位为微克（ μg ）；

A_s ——标准溶液中硫酰氟的峰面积；

m ——称取试样的质量，单位为克（ g ）。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留两位有效数字，当结果大于1 mg/kg 时保留三位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差不大于重复性限（ r ），重复性限（ r ）的数据为：

含量为0.05 mg/kg 时，重复性限（ r ）为0.02；

含量为0.1 mg/kg 时，重复性限（ r ）为0.03；

含量为0.5 mg/kg 时，重复性限（ r ）为0.11；

含量为1 mg/kg 时，重复性限（ r ）为0.24。

9.2 在再现性条件下，两次独立测定结果的绝对差不大于再现性限（ R ），再现性限（ R ）的数据为：

含量为0.05 mg/kg 时，再现性限（ R ）为0.02；

含量为0.1 mg/kg 时，再现性限（ R ）为0.05；

含量为0.5 mg/kg时，再现性限（R）为0.16；

含量为1 mg/kg时，再现性限（R）为0.41。

10 图谱

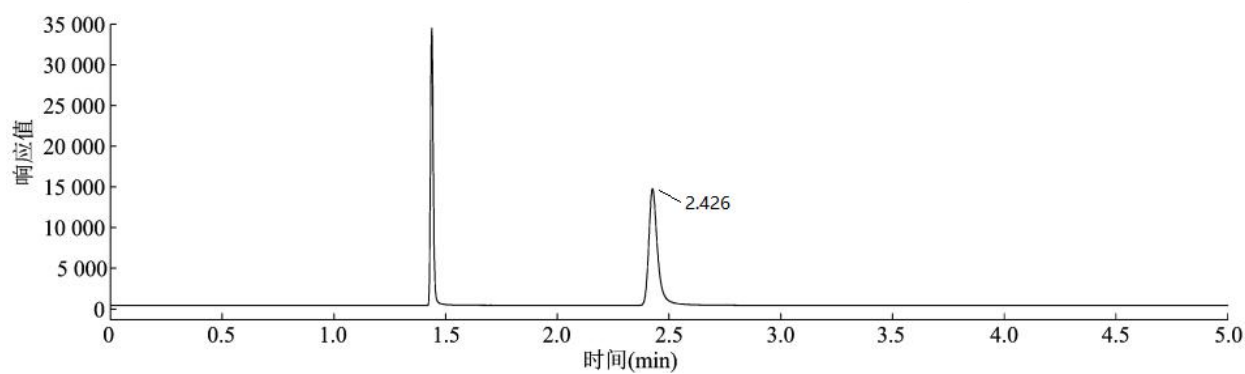
硫酰氟标准品的色谱图参见附录A 图 A.1

11 其他

本方法的定量限为0.01 mg/kg。

征求意见稿

附录 A (资料性附录)
硫酰氟标准品的气相色谱图



图A.1 0.5 mg/L硫酰氟标准溶液的色谱图