



# 中华人民共和国国家标准

GB 23200.114—2018

## 食品安全国家标准 植物源性食品中灭瘟素残留量的测定 液相色谱-质谱联用法

National food safety standard—  
Determination of blasticidin-S residues in foods of plant origin—  
Liquid chromatography tandem mass spectrometry

2018-06-21 发布

2018-12-21 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 发布  
国家市场监督管理总局

# 食品安全国家标准

## 植物源性食品中灭瘟素残留量的测定

### 液相色谱-质谱联用法

#### 1 范围

本标准规定了植物源性食品中灭瘟素(blasticidin-S)残留量的液相色谱-质谱联用测定方法。  
本标准适用于植物源性食品中灭瘟素农药残留量的测定。

#### 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

试样中灭瘟素用乙酸水溶液萃取,再经净化处理后,采用液相色谱-质谱联用法检测,外标法定量。

#### 4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水。

##### 4.1 试剂

4.1.1 乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,CAS号:64-19-7):色谱纯。

4.1.2 乙腈( $\text{CH}_3\text{CN}$ ,CAS号:75-05-8):色谱纯。

4.1.3 甲酸( $\text{HCOOH}$ ,CAS号:64-18-6):色谱纯。

4.1.4 甲酸铵( $\text{HCOONH}_2$ ,CAS号:540-69-2)。

4.1.5 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ,CAS号:67-56-1):色谱纯。

##### 4.2 溶液配制

4.2.1 乙腈溶液(10+90,体积比):将100 mL乙腈加入到900 mL水中,混匀。

4.2.2 乙酸-乙腈-水溶液(2+10+88,体积比):将2 mL乙酸、10 mL乙腈加入到88 mL水中,混匀。

4.2.3 甲酸-甲醇溶液(10+90,体积比):将100 mL甲酸加入到900 mL甲醇中,混匀。

4.2.4 20 mmol/L 甲酸铵水溶液(pH=3.5):称取0.385 g 甲酸铵溶解于适量水中,用水定容至1000 mL,用乙酸调pH至3.5。

##### 4.3 标准品

灭瘟素标准品( $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_8\text{O}_5$ ,CAS号:2079-00-7):纯度 $\geq 99.6\%$ 。

##### 4.4 标准溶液配制

4.4.1 标准储备溶液(100 mg/L):准确称取10 mg(精确到0.1 mg)灭瘟素标准品于50 mL烧杯中,用乙腈溶液(4.2.1)溶解并转移至100 mL容量瓶中,用乙腈定容至刻度,混匀,-18℃冷冻避光保存,有效期3个月。

4.4.2 标准工作溶液(10 mg/L):吸取 1 mL 标准储备溶液,加到 10 mL 容量瓶中,用乙腈溶液(4.2.1)定容,−18℃冷冻避光保存,有效期 1 个月。

#### 4.5 材料

4.5.1 固相萃取柱:弱阳离子交换固相萃取小柱(500 mg/6 mL,带羧基官能团的弱阳离子交换柱)。

4.5.2 滤膜:0.22 μm,水系。

4.5.3 十八烷基键合硅胶(C<sub>18</sub>):40 μm~60 μm。

### 5 仪器和设备

5.1 液相色谱-串联质谱:配电喷雾离子源(ESI)。

5.2 分析天平:感量 0.000 1 g 和感量 0.01 g。

5.3 组织捣碎机。

5.4 离心机:转速不低于 10 000 r/min。

5.5 旋转蒸发器。

5.6 振荡混合器(1 200 次/min)。

5.7 涡旋振荡器。

### 6 试样制备

蔬菜、水果和食用菌样品按相关标准取一定量,取样部位按 GB 2763 的规定执行。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−18℃以下温度条件下保存。

### 7 分析步骤

#### 7.1 提取

##### 7.1.1 谷类、茶叶、香辛料、坚果、植物油

称取 5 g(精确到 0.01 g)试样于 100 mL 离心管中,参见附录 A 补水,涡旋振荡 2 min。加入 20 mL 乙酸-乙腈-水溶液(4.2.2),涡旋 2 min,振荡提取 30 min 后,以 8 000 r/min 转速离心 10 min,倾出上清液,向装残渣的离心管中加入 20 mL 乙酸-乙腈-水溶液(4.2.2)重复上述提取步骤 2 次,合并上清液,用提取液定容至 100 mL,混匀,待净化。

##### 7.1.2 水果、蔬菜、食用菌

称取 20 g(精确到 0.01 g)试样于 100 mL 离心管中,参见附录 A 所列基质含水量补水,涡旋振荡 2 min,加入 20 mL 乙酸-乙腈-水溶液(4.2.2),涡旋 2 min,振荡提取 30 min 后,以 8 000 r/min 离心 10 min,倾出上清液,向装残渣的离心管中加入 20 mL 乙酸-乙腈-水溶液(4.2.2),重复上述提取步骤 2 次,合并提取液,用提取液定容至 100 mL,混匀,待净化。

#### 7.2 净化

##### 7.2.1 谷类、茶叶、香辛料、坚果、植物油