



中华人民共和国国家标准

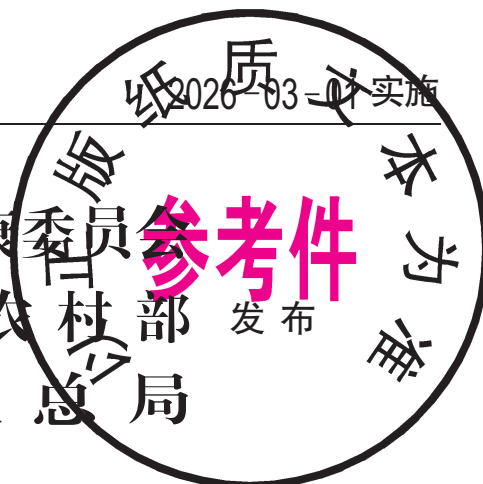
GB 23200.123—2026

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 fluoride residue in foods of plant origin—
Gas chromatography method

2026-02-12 发布

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



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。
本文件系国内首次发布。



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

本文件规定了植物源性食品中硫酰氟残留量的气相色谱测定方法。

本文件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

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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—2026 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

试样加水提取后,目标物硫酰氟分子在加温条件下自顶空瓶中挥发,在载气辅助下进到气相色谱柱分离,采用带顶空进样装置的气相色谱电子捕获检测器(ECD)进行检测,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色谱纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 丙酮(CH_3COCH_3 ,CAS号:67-64-1)。

4.1.2 氯化铵(NH_4Cl ,CAS号:12125-02-9)。

4.2 标准品

硫酰氟(SO_2F_2 ,CAS号:2699-79-8):纯度 $\geq 99.0\%$ (用铝箔气体进样袋保存)。硫酰氟标准物质的信息见附录A中表A.1。

4.3 标准溶液配制

安全警示——丙酮冷冻应在防爆冰箱中进行。

4.3.1 硫酰氟标准储备溶液:取装有约90 mL冷丙酮(置于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件冰箱中预冷的丙酮)的100 mL顶空瓶,加瓶塞,称量。再将铝箔气体取样袋中的硫酰氟通过取样袋上的气体进出阀门缓慢注入丙酮中,注入时间约2 min(或用注射器注入硫酰氟约48 mL至丙酮中),迅速塞上瓶塞,于分析天平(精确至0.1 mg)上称量,2次称量之差即为溶液中硫酰氟的质量。然后准确加入10 mL冷丙酮(置于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件冰箱中预冷的丙酮),制得浓度约为2 000 mg/L的硫酰氟标准储备溶液。于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件低温冰箱中避光保存,有效期1个月。

4.3.2 硫酰氟标准中间溶液(约20 mg/L):准确吸取1.0 mL的硫酰氟标准储备溶液于100 mL顶空瓶中(预先装有90 mL置于低于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱预冷的丙酮),准确加入9 mL冷丙酮(置于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件冰箱中预冷的丙酮),制得质量浓度约为20 mg/L的硫酰氟标准中间溶液,现用现配。

4.3.3 硫酰氟标准工作溶液(约1 mg/L):准确吸取5.0 mL的硫酰氟标准中间溶液于100 mL顶空瓶中(预先装有90 mL置于低于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱预冷的丙酮),准确加入5 mL冷丙酮(置于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件冰箱中预冷的丙酮),制得质量浓度约为1 mg/L的硫酰氟标准工作溶液,现用现配。

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 自动顶空进样器。
- 5.3 顶空瓶:20 mL 和 100 mL(带气密性瓶盖)。
- 5.4 分析天平:感量 0.01 g 和 0.1 mg。
- 5.5 组织捣碎仪:转速不低于 25 000 r/min。

6 试样制备

6.1 试样制备

样品采集后尽快送往实验室检测。

样品测定部位按照 GB 2763—2026 中附录 A 的规定执行。取样量按照相关标准或规定执行。

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;取后的样品将其粗切或粗粉碎,大小为 1 cm~2 cm,充分混匀,用四分法取一部分或全部放入聚乙烯瓶中冷冻保存。

食用菌、水果和蔬菜(个体较大的先粗切,大小为 1 cm~2 cm)充分混匀,用四分法取一部分或全部置于-18℃及以下条件保存。待其完全冷冻后,取出,缓至适合粉碎时,打碎样品,立即称量提取。

干制蔬菜、水果和食用菌(个体较大的先粗切,大小为 1 cm~2 cm)充分混匀,用四分法取一部分或全部置于-18℃及以下条件保存,待其完全冷冻后,取出打碎,立即称量提取。

油料、茶叶、坚果和香辛料(调味料)(个体较大的先粗粉碎,大小为 1 cm~2 cm)充分混匀,用四分法取一部分或全部置于-18℃及以下条件保存,待其完全冷冻后,取出后打碎,立即称量提取。

谷类直接于-18℃及以下条件保存,待其完全冷冻后,取出打碎,立即称量提取。

植物油类搅拌均匀,置于-18℃及以下条件保存,取出后化冻,立即称量提取。

6.2 试样储存

将试样按照测试和备用分别存放,于-18℃及以下条件保存。

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 20 mL 顶空瓶中[预先装入 0.1 g 氯化铵(4.1.2)],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:固定液为键合的聚苯乙烯-二乙烯基苯色谱柱,30 m×0.53 mm,40 μm,或相当者;
- b) 柱温:70℃保持 5 min,然后以 20℃/min 程序升温至 200℃,保持 5 min;
- 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 20:1;
- 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:30 min;
- c) 定量环温度:60℃;

- d) 传输线温度:70 ℃;
- e) 进样体积:1 mL。

7.3 标准曲线

7.3.1 硫酰氟标准溶液的制备

取 8 个顶空瓶,用水代替试样,加入 0.1 g 氯化铵,加入 10 mL 水,分别向顶空瓶中加入不同量的硫酰氟标准溶液,使系列标准最终浓度为 0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L、6 mg/L、10 mg/L,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、硫酰氟的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

7.4 定性及定量

7.4.1 保留时间

在上述条件下,硫酰氟的保留时间为 2.426 min。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,相对偏差应在±2.5%之内。

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,以保留时间定性,以单点外标法定量。同时做空白试验。

7.6 空白试验

不加试样,采用完全相同的步骤进行平行操作。

8 结果计算

试样中硫酰氟残留量以质量分数 ω 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{A_i \times \rho \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ω ——试样中硫酰氟残留质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A_i ——样液中硫酰氟的峰面积;
- ρ ——标准溶液中所含硫酰氟的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——标准溶液的进样体积,单位为毫升(mL);
- 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 2 次独立测定结果的算术平均值表示,保留 2 位有效数字。当结果大于 1 mg/kg 时,保留 3 位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限(r),见表 1。

表 1 重复性限(r)

农药中文名	农药英文名	重复性限(r)				
		0.01 mg/kg	0.05 mg/kg	0.1 mg/kg	0.5 mg/kg	1 mg/kg
硫酰氟	Sulfuryl fluoride	0.003 3	0.013	0.025	0.10	0.24

9.2 在再现性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限(R),见表 2。

表 2 再现性限(R)

农药中文名	农药英文名	再现性限(R)				
		0.01 mg/kg	0.05 mg/kg	0.1 mg/kg	0.5 mg/kg	1 mg/kg
硫酰氟	Sulfuryl fluoride	0.005 1	0.017	0.040	0.16	0.41

10 方法定量限

本方法对植物源性基质样品的定量限均为 0.01 mg/kg。

11 图谱

韭菜添加 0.01 mg/kg 硫酰氟的气相色谱图见附录 B 中的图 B. 1。

茶叶添加 0.01 mg/kg 硫酰氟的气相色谱图见图 B. 2。

附 录 A
(资料性)
硫酰氟标准物质的信息

硫酰氟的中文名称、英文名称、IUPAC 名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和化学结构式见表 A. 1。

表 A. 1 硫酰氟标准物质的信息

中文名称	硫酰氟
英文名称	Sulfuryl fluoride
IUPAC 名称	Sulfuryl fluoride
CAS 号	2699-79-8
分子式	SO ₂ F ₂
相对分子质量	102. 06
化学结构式	O F—S—F O

附 录 B
(资料性)
硫酰氟气相色谱图

韭菜添加 0.01 mg/kg 硫酰氟的气相色谱图见图 B.1, 茶叶添加 0.01 mg/kg 硫酰氟的气相色谱图见图 B.2。

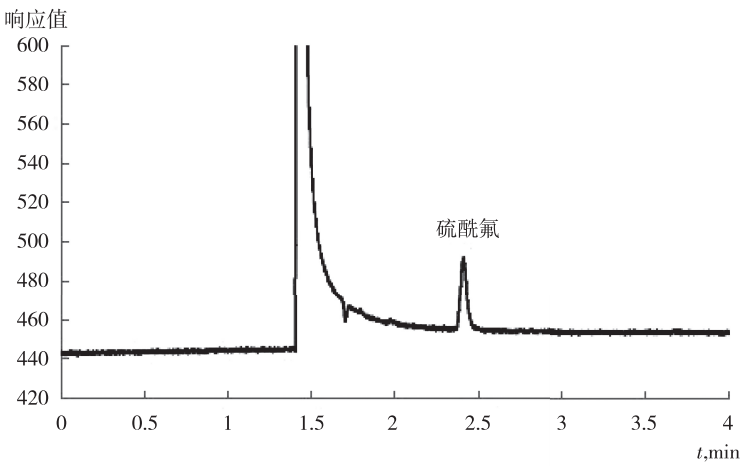


图 B.1 韭菜添加 0.01 mg/kg 硫酰氟的气相色谱图

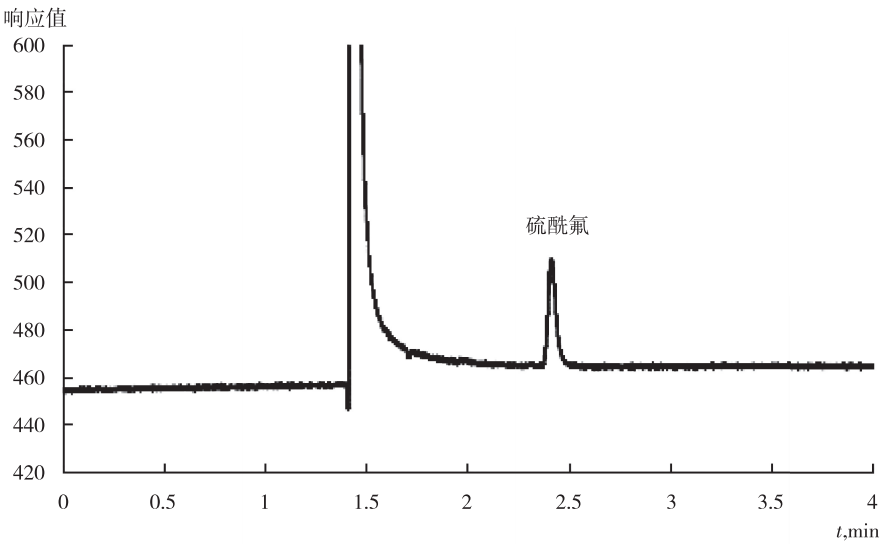


图 B.2 茶叶添加 0.01 mg/kg 硫酰氟的气相色谱图