

DBS64

宁夏回族自治区地方标准

DBS64/ 005—2021

食品安全地方标准 枸杞干果中农药最大残留限量

2021 - 01 - 01 发布

2021 - 06 - 01 实施

宁夏回族自治区卫生健康委员会
宁夏回族自治区农业农村厅发布
宁夏回族自治区市场监督管理局

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。

本文件由宁夏回族自治区卫生健康委员会提出。

本文件由宁夏回族自治区卫生健康委员会、宁夏回族自治区农业农村厅归口。

本文件起草单位：宁夏农林科学院植物保护研究所、宁夏回族自治区农业技术推广总站、宁夏枸杞产业发展中心。

本文件主要起草人：张蓉、王芳、何嘉、刘畅、李欣、李华、于丽、周兴隆、祁伟、乔彩云、董婕。

引 言

为进一步完善宁夏枸杞现代生产技术标准体系，使枸杞产品质量安全评估有据可依，推动宁夏枸杞产业高质量发展，特制定本文件。

本文件中除氟吡呋喃酮、双丙环虫酯、丁氟螨酯3种农药的ADI值查阅自有关文献，其余37种农药的ADI值均引用GB 2763。

本文件中氟啶虫胺脒、乙基多杀菌素、氟吡呋喃酮、双丙环虫酯、乙唑螨腈目前无标准的检测方法，依据《食品中农药残留风险评估指南》定为临时限量值(标注*)。

食品安全地方标准

枸杞干果中农药最大残留限量

1 范围

本文件规定了枸杞干果中吡虫啉等40种农药最大残留限量。
本文件适用于枸杞干果。

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 食品中农药最大残留限量

GB 23200.8 食品安全国家标准 水果和蔬菜中500种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法

GB 23200.11 食品安全国家标准 桑枝、金银花、枸杞子和荷叶中413种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法

GB 23200.13 食品安全国家标准 茶叶中448种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法

GB 23200.19 食品安全国家标准 水果和蔬菜中阿维菌素残留量的测定 液相色谱法

GB 23200.20 食品安全国家标准 食品中阿维菌素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

GB 23200.29 食品安全国家标准 水果和蔬菜中啶螨酯残留量的测定 液相色谱法

GB 23200.47 食品安全国家标准 食品中四螨嗪残留量的测定 气相色谱-质谱法

GB 23200.49 食品安全国家标准 食品中苯醚甲环唑残留量的测定 气相色谱-质谱法

GB 23200.53 食品安全国家标准 食品中氟硅唑残留量的测定 气相色谱-质谱法

GB 23200.75 食品安全国家标准 食品中氟啶虫酰胺残留量的检测方法

GB 23200.113 食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法

GB/T 5009.102 植物性食品中辛硫磷农药残留量的测定

GB/T 5009.146 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定

GB/T 20769 水果和蔬菜中450种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

GB/T 23204 茶叶中519种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法

GB/T 23379 水果、蔬菜及茶叶中吡虫啉残留的测定 高效液相色谱法

- SN 0157 出口水果中二硫代氨基甲酸酯残留量检验方法
- SN/T 1541 出口茶叶中二硫代氨基甲酸酯总残留量检验方法
- SN/T 1976 进出口水果和蔬菜中嘧菌酯残留量检测方法 气相色谱法
- SN/T 3539 出口食品中丁氟螨酯的测定
- SN/T 3860 出口食品中吡蚜酮残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法
- SN/T 4891 出口食品中螺虫乙酯残留量的测定 高效液相色谱和液相色谱-质谱/质谱法
- NY/T 761 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定
- NY/T 1453 蔬菜及水果中多菌灵等16种农药残留测定 液相色谱-质谱-质谱联用法
- NY/T 1680 蔬菜水果中多菌灵等4种苯并咪唑类农药残留量的测定 高效液相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

残留物 residue definition

由于使用农药而在食品、农产品和动物饲料中出现的任何特定物质，包括被认为具有毒理学意义的农药衍生物，如农药转化物、代谢物、反应产物及杂质等。

[来源：GB 2763]

3.2

最大残留限量 maximum residue limit (MRL)

在食品或农产品内部或表面法定允许的农药最大浓度，以每千克食品或农产品中农药残留的毫克数表示 (mg/kg)。

[来源：GB 2763]

3.3

每日允许摄入量 acceptable daily intake (ADI)

人类终生每日摄入某物质，而不产生可检测到的危害健康的估计量，以每千克体重可摄入的量表示 (mg/kg bw)。

[来源：GB 2763]

4 技术要求

应符合表1的规定。

表 1 枸杞干果中农药最大残留限量

主要用途	农药名称	每日允许摄入量 ADI (mg/kg bw)	最大残留限量 MRL (mg/kg)	残留物	检测方法
杀虫剂	吡虫啉 imidacloprid	0.06	1	吡虫啉	GB/T 20769 GB/T 23379
	吡蚜酮 pymetrozine	0.03	0.07	吡蚜酮	GB 23200.13 SN/T 3860

表 1 枸杞干果中农药最大残留限量（续）

主要用途	农药名称	每日允许摄入量 ADI (mg/kg bw)	最大残留限量 MRL (mg/kg)	残留物	检测方法
杀虫剂	除虫菊素 pyrethrins	0.04	0.2	除虫菊素 I 与除虫菊素 II 之和	GB/T 20769
	啉虫脒 acetamiprid	0.07	2	啉虫脒	GB/T 20769
	毒死蜱 chlorpyrifos	0.01	0.2	毒死蜱	GB 23200.8 GB 23200.113 NY/T 761
	氟吡呋喃酮 flupyradifurone	0.08	2*	氟吡呋喃酮	——
	氟啉虫脒 sulfoxaflor	0.05	3*	氟啉虫脒	——
	氟啉虫酰胺 flonicamid	0.07	3	氟啉虫酰胺	GB 23200.75
	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 emamectin benzoate	0.0005	0.05	甲氨基阿维菌素 B1a	GB/T 20769
	螺虫乙酯 spirotetramat	0.05	0.3	螺虫乙酯及其烯醇类代谢产物之和, 以螺虫乙酯表示	SN/T 4891
	氯氟氰菊酯和高效氯氟氰菊酯 cyfluthrin and beta-cyfluthrin	0.02	0.1	氯氟氰菊酯 (异构体之和)	GB 23200.8 GB 23200.113 GB/T 5009.146 NY/T 761
	氯氰菊酯和高效氯氰菊酯 cypermethrin and beta-cypermethrin	0.02	2	氯氰菊酯 (异构体之和)	GB 23200.8 GB 23200.113 GB/T 5009.146 NY/T761
	氰戊菊酯和 S-氰戊菊酯 fenvalerate and esfenvalerate	0.02	0.3	氰戊菊酯 (异构体之和)	GB 23200.8 GB 23200.113 GB/T 23204 NY/T 761
	辛硫磷 phoxim	0.004	0.01	辛硫磷	GB/T 5009.102 GB/T 20769
	噻虫嗪 Thiamethoxam	0.08	1	噻虫嗪	GB 23200.11 GB/T 20769
	双丙环虫酯 afidopyrope	0.07	0.05*	双丙环虫酯	——
	乙基多杀菌素 spinetoram	0.05	0.3*	乙基多杀菌素	——
溴氰虫酰胺 cyantraniliprole	0.03	0.01	溴氰虫酰胺	DB37/T 3991	
杀螨剂	阿维菌素 abamectin	0.002	0.1	阿维菌素	GB 23200.19 GB 23200.20
	吡螨灵 pyridaben	0.01	3	吡螨灵	GB 23200.8 GB 23200.113 GB/T 20769
	丁氟螨酯 cyflumetofen	0.1	0.7	丁氟螨酯	SN/T 3539
	联苯肼酯 bifenazate	0.01	0.5	联苯肼酯	GB 23200.8

表 1 枸杞干果中农药最大残留限量（续）

主要用途	农药名称	每日允许摄入量 ADI (mg/kg bw)	最大残留限量 MRL (mg/kg)	残留物	检测方法
杀螨剂	螺螨酯 spirodiclofen	0.01	2	螺螨酯	GB 23200.8 GB/T 20769
	噻螨酮 hexythiazox	0.03	0.2	噻螨酮	GB 23200.8 GB/T 20769
	双甲脒 amitraz	0.01	0.02	双甲脒及 N-(2,4-二甲苯基)-N'-甲基甲脒之和,以双甲脒表示	GB/T 5009.143
	四螨嗪 clofentezine	0.02	0.5	四螨嗪	GB 23200.47 GB/T 20769
	乙螨唑 etoxazole	0.05	0.05	乙螨唑	GB 23200.8 GB 23200.113
	唑螨酯 fenpyroximate	0.01	2	唑螨酯	GB 23200.8 GB 23200.29 GB/T 20769
	乙唑螨腈 acetonitrile	0.1	1*	乙唑螨腈	——
杀菌剂	百菌清 chlorothalonil	0.02	2	百菌清	GB/T 5009.105 NY/T 761
	苯醚甲环唑 difenoconazole	0.01	0.3	苯醚甲环唑	GB 23200.8 GB 23200.49 GB 23200.113 GB/T 5009.218
	吡唑醚菌酯 pyraclostrobin	0.03	1	吡唑醚菌酯	GB 23200.8
	丙环唑 propiconazole	0.07	1	丙环唑	GB 23200.8 GB 23200.113
	代森锰锌 mancozeb	0.03	3	二硫代氨基甲酸盐(或酯),以二硫化碳表示	SN 0157 SN/T 1541
	多菌灵 carbendazim	0.03	5	多菌灵	GB/T 20769 NY/T 1453
	氟硅唑 flusilazole	0.007	0.05	氟硅唑	GB 23200.8 GB 23200.53 GB/T 20769
	甲基硫菌灵 thiophanate-methyl	0.08	0.5	甲基硫菌灵和多菌灵之和,以多菌灵表示	NY/T 1680
	啞菌酯 azoxystrobin	0.2	0.2	啞菌酯	GB 23200.54 NY/T 1453 SN/T 1976
	三唑酮 triadimefon	0.03	0.2	三唑酮和三唑醇之和	GB 23200.8 GB 23200.113 GB/T 20769
	戊唑醇 tebuconazole	0.03	0.5	戊唑醇	GB 23200.8 GB 23200.113 GB/T 20769

附录 A

(规范性)

食品中溴氰虫酰胺残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法 (DB37/T 3991-2020)

1 标准品

溴氰虫酰胺 (Cyantraniliprole, $C_{19}H_{14}BrClN_6O_2$, CAS号: 736994-63-1), 纯度 $\geq 98.0\%$ 。

2 测定

2.1 液相色谱参考条件

条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} 柱, 柱长 150 mm, 内径 2.1 mm, 粒径 3 μm , 或等效柱;
- b) 流速: 0.25 mL/min;
- c) 进样量: 5 μL ;
- d) 柱温: 30 $^{\circ}C$;
- e) 流动相及梯度洗脱条件见表 1。

表1 流动相及梯度洗脱条件

时间 min	甲醇 %	乙酸铵溶液 %
0	25	75
0.5	25	75
2.5	90	10
6.0	90	10
6.1	25	75
10	25	75

2.2 质谱参考条件

条件如下:

- a) 电离方式: 电喷雾电离 (ESI);
- b) 毛细管电压: 4.0 kV;
- c) 干燥气温度: 350 $^{\circ}C$;
- d) 辅助气 (鞘气) 温度: 350 $^{\circ}C$;
- e) 雾化气、干燥气、辅助气 (鞘气) 均为高纯氮气, 使用前应调节各气体流量以使质谱灵敏度达到检测要求;
- f) 扫描方式: 正离子扫描;
- g) 检测方式: 多反应监测, 参数见表 2。

表2 多反应监测条件

中文名称	英文名称	母离子 m/z	子离子 m/z	驻留时间 s	裂解电压 V	碰撞能量 eV
溴氰虫酰胺	Cyantraniliprole	475.0	285.8 ^a	0.2	110	10
			443.9	0.2	110	15
^a 为定量离子						

2.3 标准曲线的制作

按浓度由小到大的顺序，依次分析基质标准溶液，得到相应的峰面积。以基质标准溶液的浓度为横坐标，以相应的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

2.4 试样溶液的测定

将试样溶液注入液相色谱-质谱仪中，得到相应的峰面积，由标准曲线得到试样溶液中溴氰虫酰胺的浓度。如果试样溶液浓度超过标准曲线的上限，须用乙腈稀释试样溶液至线性范围后再进行测定。在上述仪器条件下，溴氰虫酰胺的参考保留时间为4.4 min。

2.5 定性

如果样品的质量色谱峰保留时间与基质标准溶液一致，定性离子对的相对丰度与浓度相当的基质标准溶液的相对丰度一致，相对丰度偏差不超过表3的规定，则可判断样品中存在相应的被测物。

表3 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	20%~50%	10%~20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

2.6 空白试验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

3 结果计算和表述

试样中溴氰虫酰胺的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{p \times V}{m \times 1000} \times 1000 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X —— 试样中溴氰虫酰胺的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

p —— 从基质标准曲线得到的试样测定液中溴氰虫酰胺的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V —— 试样测定液的最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m —— 最终样液所代表的试样质量，单位为克（g）。计算结果应扣除空白值，保留两位有效数字。