

ICS 点击此处添加 ICS 号
点击此处添加中国标准文献分类号

GB

中华人民共和国国家标准

GB 23200.17—2016

代替NY/T 1649—2008

食品安全国家标准 水果、蔬菜中噻菌灵残留量的测定 液相色谱法

National food safety standards—

Determination of thiabendazole residue in fruits and vegetables

Liquid chromatography

2016-12-18 发布

2017-06-18 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
中华人民共和国农业部
国家食品药品监督管理总局

发布

前 言

本标准代替NY/T 1649-2008《水果、蔬菜中噻苯咪唑残留量的测定 高效液相色谱法》。

本标准与NY/T 1649-2008相比主要修改如下：

- 对标准名称进行了修改，增加了食品安全国家标准部分；
- 根据食品安全标准的格式进行了修改。
- 规范性引用文件中增加GB 2763《食品中农药最大残留限量》标准；
- 在试样制备中增加了取样部位的规定及细化了试样制备的要求；
- 增加了精密度要求。

食品安全国家标准

水果、蔬菜中噻菌灵残留量的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了蔬菜和水果中噻菌灵残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于蔬菜和水果中噻菌灵残留量的测定。

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。凡是注日期的应用文件,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

样品中噻菌灵经甲醇提取后,根据噻菌灵在酸性条件下溶于水,碱性条件下溶于乙酸乙酯的原理,进行净化,再经反相色谱分离,紫外检测器300nm检测,根据保留时间定性,外标法定量。

4 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682一级的水。

4.1 试剂

4.1.1 甲醇(CH_3OH), 色谱纯。

4.1.2 乙酸乙酯($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$)。

4.1.3 氯化钠(NaCl)。

4.1.4 无水硫酸钠(Na_2SO_4): 650 °C灼烧 4 h,干燥器中保存。

4.2 溶液配制

4.2.1 盐酸溶液(0.1 mol/L): 吸取 8.33 mL 盐酸,用水定容至 1 L。

4.2.2 氢氧化钠溶液(1.0 mol/L): 称取 40 g 氢氧化钠,用水溶解,并定容至 1 L。

4.3 标准品

噻菌灵 (CAS 148-79-8) : 纯度大于 99 %。

4.4 标准溶液配制

标准贮备溶液(100 mg/L): 准确称取噻菌灵 0.0100 g, 用甲醇溶解后, 定容至 100 mL, 置 4 °C 保存, 有效期 3 个月。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪, 配有紫外检测器。

5.2 分析天平: 感量 0.01 g 和 0.1 mg。

5.3 组织捣碎机。

5.4 旋转蒸发器。

5.5 机械往复式振荡器。

5.6 布氏漏斗。

6 试样制备

将蔬菜和水果样品取样部位按 GB 2763-2014 附录 A 规定取样, 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。匀浆放入聚乙烯瓶中于 -16 °C ~ -20 °C 条件下保存。

7 分析步骤

7.1 提取及净化

称取 10 g 样品, 精确至 0.01 g, 放入 250 mL 具塞锥形瓶中, 加 40 mL 甲醇, 均质 1 min, 在机械往复式振荡器上振摇 20 min, 布氏漏斗抽滤, 并用适量甲醇洗涤残渣 2 次, 合并滤液于 150 mL 梨形瓶中, 在 50 °C 下减压蒸发至剩余 5 mL ~ 10 mL, 用 20 mL 盐酸溶液洗入 250 mL 分液漏斗中, 加入 20 mL 乙酸乙酯振荡、静置, 乙酸乙酯层再用 20 mL 盐酸溶液萃取一次。合并水相用氢氧化钠溶液调 pH 至 8 ~ 9, 加入 4 g 氯化钠, 移入 250 mL 分液漏斗中, 用 40 mL 乙酸乙酯分别萃取 2 次, 合并乙酸乙酯, 经无水硫酸钠脱水, 在 50 °C 下减压旋转蒸发近干, 残渣用流动相溶解并定容至 5 mL, 经 0.45 μm 滤膜过滤后待测。

7.2 液相色谱参考条件

检测器: 紫外检测器。

色谱柱: C₁₈, 4.6×250mm (5μm) 或相当者。

流动相：甲醇+水=50+50。

流速：1.0 mL/min。

检测波长：300 nm。

柱温：室温。

进样量：10 μ L。

7.3 标准工作曲线

吸取标准储备溶液0 mL、0.1 mL、0.5 mL、1 mL和2 mL，用流动相定容至10 mL，此标准系列质量浓度为0 mg/L、1.00mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L和20.0 mg/L，以测得峰面积为纵坐标，对应的标准溶液质量浓度为横坐标，绘制标准曲线，求回归方程和相关系数。

7.4 测定

将标准工作溶液和待测溶液分别注入高效液相色谱仪中，以保留时间定性，以待测液峰面积代入标准曲线中定量，样品中噻菌灵质量浓度应在标准工作曲线质量浓度范围内。同时做空白试验。

8 结果计算：

试料中噻菌灵残留量以质量分数 w 计，单位以毫克每千克(mg/kg)表示，按公式（1）计算：

$$w = \frac{\rho \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ —由标准曲线得出试样溶液中噻菌灵的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V —最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m —试样质量，单位为克（g）。

计算结果应扣除空白值，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。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录 A 的要求。

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录 B 的要求。

10 定量限

本标准方法定量限为0.05mg/kg。

11 色谱图:

噻菌灵标准溶液图谱见图 1。

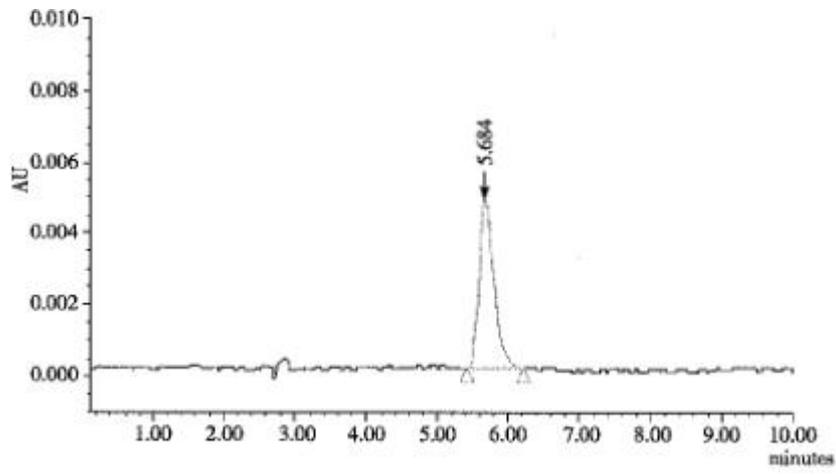


图 1 1.0mg/L 的噻菌灵标准溶液图谱见图

附录 A
(规范性附录)
实验室内重复性要求

表 A.1 实验室内重复性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	36
$> 0.001 \leq 0.01$	32
$> 0.01 \leq 0.1$	22
$> 0.1 \leq 1$	18
> 1	14

附 录 B
(规范性附录)
实验室间再现性要求

表 B.1 实验室间再现性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	54
$> 0.001 \leq 0.01$	46
$> 0.01 \leq 0.1$	34
$> 0.1 \leq 1$	25
> 1	19
