



中华人民共和国国家标准

GB 23200.17—2016

食品安全国家标准 水果和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 发布
国家食品药品监督管理总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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》。与 NY/T 1649—2008 相比,主要变化如下:

- 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《食品安全国家标准 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。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- NY/T 1649—2008。

食品安全国家标准

水果和蔬菜中噻菌灵残留量的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了水果和蔬菜中噻菌灵残留量的液相色谱测定方法。

本标准适用于水果和蔬菜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 300 nm 检测,根据保留时间定性,外标法定量。

4 试剂与材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

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℃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 号:148-79-8):纯度>99%。

4.4 标准溶液配制

标准储备溶液(100 mg/L):准确称取噻菌灵 0.010 0 g,用甲醇溶解后,定容至 100 mL,置 4℃保存,有效期 3 个月。

5 仪器与设备

5.1 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 旋转蒸发仪。

5.5 机械往复式振荡器。

5.6 布氏漏斗。

6 试样制备

将水果和蔬菜样品按 GB 2763 的规定取样,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 $-20^{\circ}\text{C}\sim-16^{\circ}\text{C}$ 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。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 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜过滤后待测。

7.2 液相色谱参考条件

7.2.1 检测器:紫外检测器。

7.2.2 色谱柱: C_{18} , $4.6\text{ mm}\times 250\text{ mm}$,膜厚 $5\text{ }\mu\text{m}$,或相当者。

7.2.3 流动相:甲醇+水=50+50。

7.2.4 流速: 1.0 mL/min 。

7.2.5 检测波长: 300 nm 。

7.2.6 柱温:室温。

7.2.7 进样量: $10\text{ }\mu\text{L}$ 。

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 、 1.00 mg/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

试样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,按式(1)计算。

$$w = \frac{\rho \times V}{m} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

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);

1 000——换算系数。

计算结果应扣除空白值,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。

9 精密度

在重复性条件下获得的 2 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 2 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 0.05 mg/kg。

11 色谱图

1.0 mg/L 的噻菌灵标准溶液色谱图见图 1。

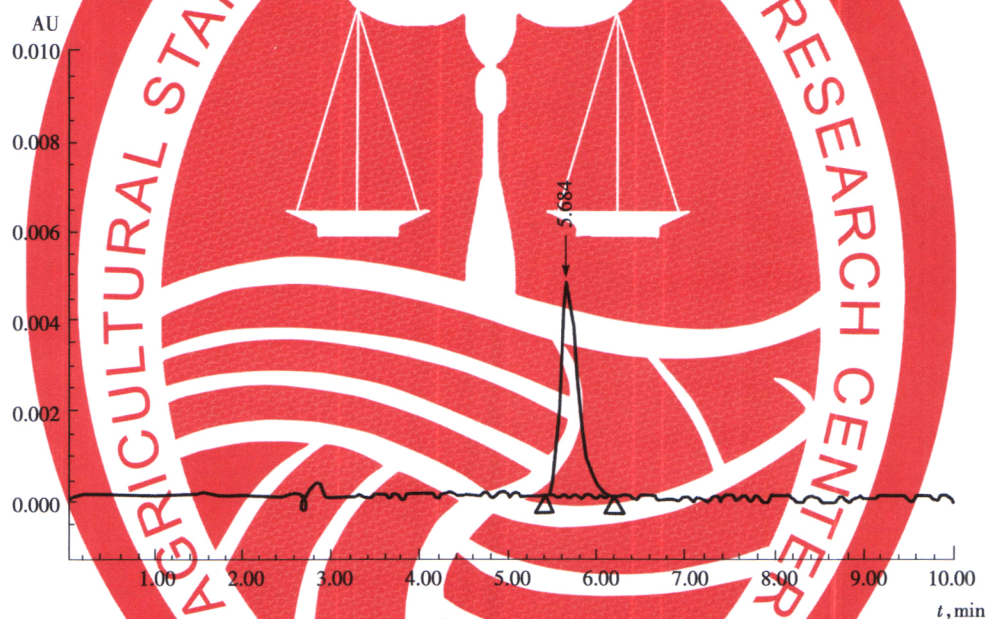


图 1 1.0 mg/L 的噻菌灵标准溶液色谱图

附 录 A
(规范性附录)
实验室内重复性要求

实验室内重复性要求见表 A.1。

表 A.1 实验室内重复性要求

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

附 录 B
(规范性附录)
实验室间再现性要求

实验室间再现性要求见表 B.1。

表 B.1 实验室间再现性要求

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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 安 全 国 家 标 准
水 果 和 蔬 菜 中 噻 菌 灵 残 留 量 的 测 定
液 相 色 谱 法

GB 23200.17—2016

* * *

中 国 农 业 出 版 社 出 版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)

北 京 印 刷 一 厂 印 刷
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 销

* * *

开 本 880mm×1230mm 1/16 印 张 0.75 字 数 15 千 字
2017 年 6 月 第 1 版 2017 年 6 月 北 京 第 1 次 印 刷

书 号: 16109·4106

定 价: 18.00 元

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话: (010) 65005894



GB 23200.17—2016