

中华人民共和国国家标准

GB 23200.87—2016

代替SN 0606—1996

食品安全国家标准
乳及乳制品中噻菌灵残留量的测定
荧光分光光度法

National food safety standard—

Determination of thiabendazole residue in milk and milk products

Fluorescence spectrophotometry

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SN/T 0606-1996 《出口乳及乳制品中噻菌灵残留量的检验方法 荧光分光光度法》。

本标准与SN/T 0606-1996相比，主要变化如下：

- 标准文本格式修改为食品安全国家标准文本格式；
- 标准名称中“出口乳及乳制品”改为“乳及乳制品”；
- 标准范围中增加“其它食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

SN/T 0606-1996。

食品安全国家标准

乳及乳制品中噻菌灵残留量的测定 荧光分光光度法

1 范围

本标准规定了乳及乳制品中噻菌灵残留量检验的抽样、制样和荧光分光光度测定方法。
本标准适用于鲜乳中噻菌灵残留量的检验，其它食品可参照执行。

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，仅所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

用氢氧化钾皂化试样中的脂肪，乙酸乙酯提取噻菌灵，再用盐酸溶液抽提乙酸乙酯提取液中噻菌灵，荧光分光光度法测定，外标法定量。

4 试剂和材料

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 氢氧化钾（KOH）。

4.1.2 盐酸（HCl）。

4.1.3 乙酸乙酯（CH₃COOH）。

4.2 溶液配制

4.2.1 50%（m/V）氢氧化钾溶液：准确称取 50 g 氢氧化钾固体，加水溶解，冷却后定容至 100 mL，摇匀备用。

4.2.2 0.05%（m/V）氢氧化钾溶液：准确移取 50%氢氧化钾溶液（4.2.1）1mL 于 1000 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀备用。

4.2.3 0.1 mol/L 盐酸溶液：准确移取 0.83 mL 浓盐酸于 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀备用。

4.3 标准品

4.3.1 噻菌灵标准品：纯度≥99%。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 噻菌灵标准储备溶液：准确称取适量的噻菌灵标准品，用盐酸溶液配成浓度为 0.100 mg/mL 的标准贮备液。根据需要再用盐酸溶液稀释成适当浓度的标准工作溶液。保存于 4℃冰箱内。

5 仪器和设备

5.1 荧光分光光度计。

5.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。

5.3 冷凝管。

5.4 分液漏斗：125 mL。

5.5 锥形瓶：100 mL，具磨口。

5.6 电热水浴锅。

5.7 容量瓶：10 mL、100 mL、1000 mL。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

将所取回的样瓶，充分混匀，分取约 250 mL 作为试样。装入洁净的容器内，密封，标明标记。

注：以上样品取样部位按GB 2763附录A执行。

6.2 试样保存

将试样于 -5 ℃ 以下保存。

注：在抽样和制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

7 分析步骤

7.1 皂化

称取试样 10 g(精确至 0.1 g)于锥形瓶中，加入 7 mL 氢氧化钾溶液，接上冷凝管，在沸腾的水浴上回流皂化 40 min，取下，充分冷却。

7.2 提取

将皂化液移入分液漏斗中，用 10 mL 水洗涤锥形瓶，洗液并入同一分液漏斗。加入 15 mL 乙酸乙酯，轻摇 0.5 min，静止分层。将水层转入另一分液漏斗，用 15 mL 乙酸乙酯再提取一次，剧烈振摇 1 min，静止分层。合并乙酸乙酯提取液。

7.3 净化

用 20 mL 氢氧化钾溶液洗涤乙酸乙酯提取液，剧烈振摇 1 min，分层后，弃去水层。再加入 20 mL 氢氧化钾溶液轻摇洗涤一次，弃去水层。用 2×5 mL 盐酸溶液提取乙酸乙酯层。合并盐酸提取液于 10 mL 容量瓶中，并用盐酸溶液定容。供荧光分光光度法测定。

7.4 测定

7.4.1 荧光分光光度法测定参考条件

激发波长：307 nm；发射波长：359 nm。不同型号仪器，可根据实际情况调节，以获得最佳激发波长和发射波长。

7.4.2 标准曲线的绘制

分别吸取 0.2，0.5，1.0，5.0 和 10.0 mL 标准储备溶液至一组 10 mL 容量瓶中，用盐酸溶液定容，于荧光分光光度计上测定各荧光吸光度，以荧光吸光度对噻菌灵浓度绘制标准曲线。标准品的荧光吸光度扫描图见附录 A 中图 A1。

7.4.3 样液测定

取 7.3 中定容后的样液，于荧光分光光度计上测定样液的荧光强度。从标准曲线上查得样液中噻菌灵浓度。

7.5 空白实验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

8 结果计算和表述

按式(1)计算试样中噻菌灵的残留含量：

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

式中：X—试样中噻菌灵含量，mg/kg；

c—从标准曲线上查得的样液中噻菌灵的浓度，μg/mL；

V—定容后样液的体积，mL；

m—试样的重量，g。

注：计算结果需将空白值扣除，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

9 精密度

9.1 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C的要求。

9.2 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D的要求。

10 定量限和回收率

10.1 定量限

本方法的定量限 0.02 mg/kg。

10.2 回收率

噻菌灵的添加回收率参见附录B。

附录 A
标准品荧光吸光度扫描图

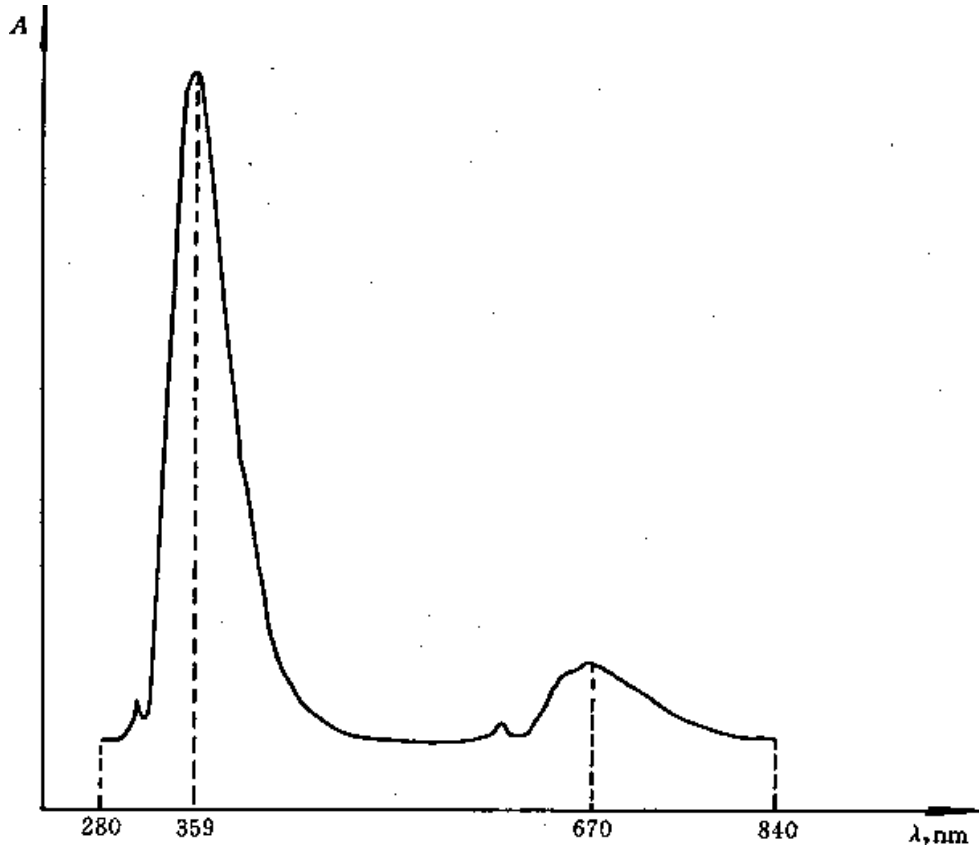


图 A1 噻菌灵标准品荧光吸光度扫描图

附 录 B
(资料性附录)
噻菌灵添加水平及添加回收率

表B.1 噻菌灵添加水平及添加回收率

添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
0.02	102
0.10	96.5
0.50	99.6

附 录 C
(规范性附录)
实验室内重复性要求

表C.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 D
(规范性附录)
实验室间再现性要求

表D.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