

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 23380—2009

水果、蔬菜中多菌灵残留的测定 高效液相色谱法

Determination of carbendazim residues in fruits and vegetables—
HPLC method

2009-04-08 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由安徽省质量技术监督局提出。

本标准由中国标准化研究院归口。

本标准起草单位：国家农副加工食品质量监督检验中心、安徽国家农业标准化与监测中心。

本标准主要起草人：聂磊、卢业举、邵栋梁、张波、张先铃、赵维克、姚彦如。

水果、蔬菜中多菌灵残留的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了水果、蔬菜中多菌灵残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于水果、蔬菜中多菌灵残留量的测定。

本标准的方法检出限:0.02 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8855 新鲜水果和蔬菜 取样方法(GB/T 8855—2008,ISO 874:1980,IDT)

3 原理

水果、蔬菜样品中多菌灵经加速溶剂萃取仪(ASE)萃取,萃取液经固相萃取(SPE)分离、净化,浓缩、定容后上高效液相色谱仪检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水均为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 0.1 mol/L 盐酸。

4.3 2%氨水(体积分数):2 mL 氨水(25%~28%)+98 mL 水。

4.4 2%氨水-甲醇溶液(体积分数):2 mL 氨水(25%~28%)+98 mL 甲醇。

4.5 4%氨水-甲醇溶液(体积分数):4 mL 氨水(25%~28%)+96 mL 甲醇。

4.6 磷酸盐缓冲溶液(0.02 mol/L,pH=6.8):1.38 g 磷酸二氢钠和 1.41 g 磷酸氢二钠溶于 900 mL 水中,用磷酸调 pH 至 6.8,定容至 1 000 mL。

4.7 固相萃取小柱(Oasis MCX 6 mL,150 mg,或相当者),使用前需依次用 2 mL 甲醇、3 mL 2%氨水进行活化。

4.8 多菌灵标准溶液:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。低温避光保存。

4.9 多菌灵标准工作溶液:取上述标准溶液根据需要用流动相配制成适当浓度的标准系列工作溶液,需现配现用。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱仪:配二极管阵列检测器(DAD)或紫外检测器(UV)。

5.2 加速溶剂萃取仪(ASE)。萃取参考条件:34 mL 萃取池,温度 100 $^{\circ}\text{C}$,压强 13.80 MPa(2 000 psi),加热 5 min,以甲醇为溶剂静态萃取 5 min,60%溶剂快速冲洗试样,60 s 氮气吹扫。

5.3 固相萃取仪(SPE)。

- 5.4 旋转蒸发器。
- 5.5 氮吹装置。
- 5.6 分析天平:感量 0.1 mg。

6 测定步骤

6.1 试样制备、保存

按 GB/T 8855 取水果、蔬菜可食用部分,粉碎,装入密闭洁净容器中标记明示。
试样应置于 4 °C 冷藏保存。

6.2 提取

称取制备样 5.00 g,加入硅藻土适量,上加速溶剂萃取仪,使用 34 mL 萃取池,温度 100 °C ,压强 13.80 MPa(2 000 psi),加热 5 min,以甲醇为溶剂静态萃取 5 min,60%溶剂快速冲洗试样,60 s 氮气吹扫,循环一次,收集提取液,于 45 °C 水浴中减压浓缩近干,用 10 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液将残余物溶解。

6.3 净化

将上述溶液移入活化后的固相萃取小柱,依次用 2 mL 2%氨水(4.3)、2 mL 2%氨水-甲醇溶液(4.4)、2 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液(4.2)、3 mL 甲醇淋洗小柱,弃去淋洗液。最后用 3 mL 4%氨水-甲醇溶液(4.5)洗脱柱子,收集洗脱液,置于 45 °C 水浴中用氮气吹干,用 1 mL 流动相溶解残渣,过 0.45 μm 滤膜后供液相色谱测定用。

6.4 参考色谱条件

- 6.4.1 色谱柱:C₁₈柱(4.6 mm×250 mm,5 μm)。
- 6.4.2 流动相:磷酸盐缓冲溶液(4.6)+乙腈(80+20),使用前经 0.45 μm 滤膜过滤。
- 6.4.3 流速:1.0 mL/min。
- 6.4.4 检测波长:286 nm。
- 6.4.5 进样量:20 μL。

6.5 测定

取净化后样品测试液和标准溶液各 20 μL,进行高效液相色谱分析,以保留时间为依据进行定性,以峰面积对标准溶液的浓度制作校正曲线,对样品进行定量。多菌灵标准品色谱图参见附录 A。

6.6 平行实验

按以上步骤对同一试样进行平行试验测定。

6.7 空白实验

除不称取样品外,均按上述步骤进行。

7 结果计算

试样中多菌灵残留量按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——试样中多菌灵残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c——从标准曲线上得到的多菌灵浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——样品定容体积,单位为毫升(mL);
- m——称取试样的质量,单位为克(g)。

8 精密度

在再现性条件下获得的两次独立的测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 15%。

附录 A
(资料性附录)
多菌灵标准品色谱图

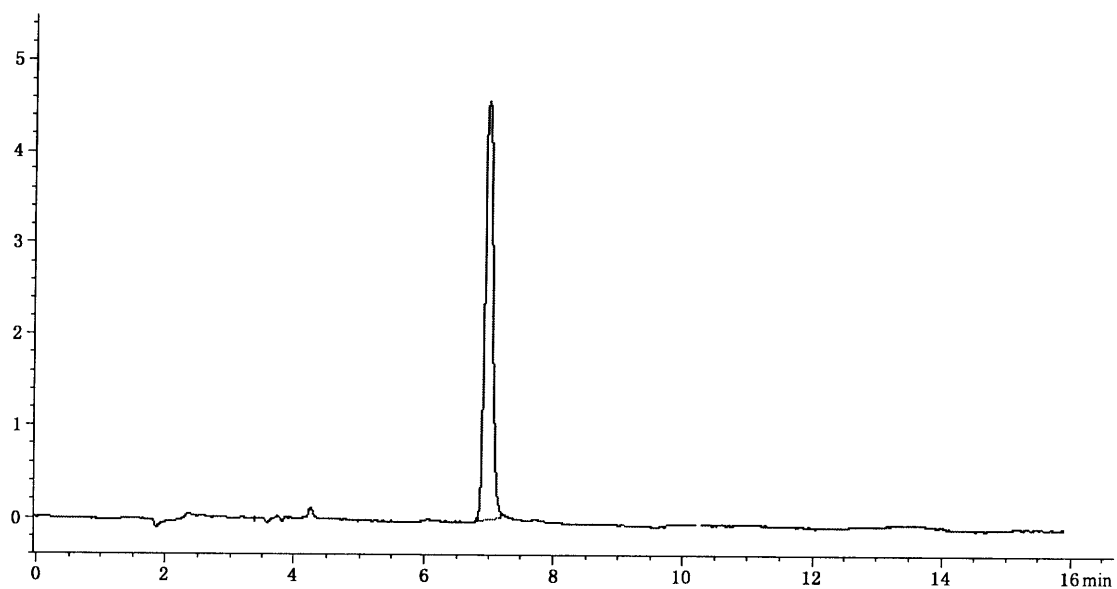


图 A.1 多菌灵标准品色谱图